



André Reis Tavares

Licenciatura em Engenharia Mecânica

AUTOMATIZAÇÃO DO SISTEMA DE ALINHAMENTO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO DE HIDRÓMETROS PELO MÉTODO DE CUCKOW

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientadora: Prof. Doutora Helena Victorovna Guitiss Navas,
FCT-UNL

Co-orientadora: Mestre Andreia Filipa Morgado Furtado,
IPQ

Co-orientador: Mestre Carlos Miguel Sendas Pires,
IPQ

Júri:

Presidente: Prof. Doutora Ana Sofia Leonardo Vilela de Matos, Prof^a Auxiliar,
FCT-UNL

Arguente: Doutora Maria Isabel Araújo Godinho, Responsável pelo
Laboratório Nacional de Metrologia do IPQ

Vogal: Prof. Doutora Helena Victorovna Guitiss Navas, Prof^a Auxiliar,
FCT-UNL

AUTOMATIZAÇÃO DO SISTEMA DE ALINHAMENTO NA CALIBRAÇÃO DE HIDRÓMETROS PELO MÉTODO DE CUCKOW

Copyright © 2014 André Reis Tavares

Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar o meu agradecimento aos que, de algum modo, colaboraram na elaboração desta dissertação.

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer à minha família, em especial aos meus pais e ao meu irmão, Paula, Fernando e Ricardo, à minha avó, Cecília, e também ao meu avô, Manuel, por todo o apoio, motivação, paciência e esforços económicos que tiveram comigo ao longo da minha vida académica. Deixar também uma palavra de agradecimento aos meus tios, Manuel e Lurdes, à minha madrinha Carla, e aos meus primos, José, Rita, Eduardo e Diogo.

Em segundo lugar, ao Instituto Português da Qualidade, pela oportunidade de realização de um estágio que me foi proporcionada, em especial, aos meus coorientadores, Mestre Andreia Furtado e Mestre Carlos Pires, pela disponibilidade que apresentaram em receber-me, paciência, conselhos, sugestões e críticas, que ajudaram na elaboração deste trabalho.

Agradecer também à Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa e a todos os professores que, de algum modo, contribuíram para a minha formação académica, em especial, à Professora Doutora Helena Navas, pela disponibilidade que apresentou em orientar-me nesta fase tão importante da minha vida.

Aos meus amigos que partilharam comigo a experiência da realização deste estágio e, que de uma maneira ou de outra, me ajudaram na realização de um melhor trabalho, um muito obrigado, Ana Lacerda, David Guedes, Guilherme Sousa, Jaime Machado e João Braz.

Por último, mas não menos importante, a todos os meus colegas de curso e amigos de longa data que me ajudaram a completar mais uma fase da minha vida e que sempre me apoiaram, motivaram e aturaram, sabendo que sem eles tudo seria mais complicado. Assim, quero expressar o meu agradecimento a Gabriella Caldeira, Tiago Palmeira, Filipe Sousa, Hugo Dias, Joana Lourenço, Telma Pereira, João Marquês, David Espadinha, Pedro Neves, João Ramos, Horácio Pires, André Santa Rita, Ricardo Viegas, Cláudio Carvalho, Filipa Neves, Fábio Santos, Filipe Alves, Ana Cecília Vilela, Raquel Abreu, Margarida Garrett, Filipa Nobre, Inês Costa, Pedro Niza, Pedro Pires, Vera Carvalho, Rita Cabanejo, Filipe Diniz, Francisco Magina, Carlos Pires, Joana Portinha, Mafalda Matias e Diogo Simões, entre outros.

RESUMO

A evolução científica e tecnológica que se fez sentir nas últimas décadas criou novos desafios relacionados com uma crescente complexidade dos processos de calibração, bem como a exigência e o rigor dos métodos utilizados.

A presente dissertação foi realizada no âmbito de um estágio curricular no Laboratório de Propriedades dos Líquidos do Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade (IPQ). A temática do estudo resulta da procura continuada, por parte desta entidade, pelo aperfeiçoamento das metodologias de calibração.

Devido à ampla utilização, em diferentes áreas da indústria e serviços, de hidrómetros, a calibração destes tornou-se uma atividade de relevo no Departamento de Metrologia do IPQ.

O foco da presente dissertação prendeu-se com a melhoria do processo de calibração de hidrómetros, segundo o método de Cuckow, mais especificamente, com a necessidade de diminuir a componente da incerteza proveniente do operador no alinhamento do traço da escala a calibrar com a superfície do líquido de referência no método de calibração de hidrómetros por pesagem hidrostática. Com este objetivo, foi desenvolvido e validado um automatismo, constituído por uma câmara, um servomotor e um *software* de controlo.

O objetivo principal do trabalho foi alcançado com a implementação do automatismo, permitindo uma redução, na ordem de duas a quatro vezes, da incerteza final do método de calibração de hidrómetros.

Durante o desenvolvimento do trabalho, surgiram objetivos paralelos ao projeto inicial, nomeadamente, a validação da folha de cálculo utilizada no IPQ para calibração de hidrómetros, assim como um estudo referente à validação da medição manual da divisão de escala dos hidrómetros.

O referido sistema de automatização encontra-se implementado e plenamente integrado nas atividades correntes do laboratório.

Palavras-chave:

Automatismo; Alinhamento; Método de Cuckow; Hidrómetros; Calibração; Metrologia.

ABSTRACT

The scientific and technological developments that made itself felt in the last decades has created new challenges related to increasing complexity of processes of calibration as well as the requirement and the rigor of the methods used.

This work was performed under a traineeship in the Properties of Liquids Laboratory, inserted in the Metrology Department of the Portuguese Institute for Quality (IPQ). The theme of the study results from the continued demand by this entity, the improvement of calibration methodologies.

Due to extensive use of hydrometers in different areas of industry and services, its calibration has become a prominent activity in the Metrology Department of IPQ.

The focus of this dissertation was related to the improvement of the calibration of hydrometers process, according to the Cuckow's method, more specifically, with the need to reduce uncertainty component from the operator in aligning the calibration point with the surface of the reference liquid in the calibration of hydrometers by hydrostatic weighing. With this goal, was developed and validated an automatic system, consisting of a camera, servomotor and control software.

The primary objective of this study was achieved with the automatism implementation enabling a reduction in the final uncertainty of the calibration method hydrometers of two to four times.

During the development work, parallel objectives to the initial project as emerged, including the validation of the spreadsheet used in the IPQ for calibration of hydrometers, and a study concerning the validation of manual measurement scale division of hydrometers.

This automatic system is implemented and fully integrated with the normal activities of the laboratory.

Keywords:

Automatism; Alignment; Cuckow's Method; Hydrometers; Calibration; Metrology.

ÍNDICE DE MATÉRIAS

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. ENQUADRAMENTO E OBJETIVOS DA DISSERTAÇÃO	1
1.2. ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO.....	2
2. ENQUADRAMENTO TEÓRICO.....	3
2.1. INTRODUÇÃO	3
2.2. SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES.....	3
2.3. QUALIDADE	5
2.3.1. Objetivos, Motivo e Importância no Mercado Atual.....	5
2.3.2. Qualidade em Portugal.....	6
2.4. METROLOGIA.....	7
2.4.1. Categorias da Metrologia	8
2.4.2. Metrologia em Portugal	8
2.4.3. Laboratório de Propriedades dos Líquidos	9
2.5. MASSA VOLÚMICA	10
2.5.1. Determinação da Massa Volúmica de Líquidos	11
2.5.2. Calibração	15
2.6. MÉTODO DE CUCKOW	17
2.6.1. Flutuação do Hidrómetro no Líquido de Referência	17
2.6.2. Pesagem do Hidrómetro no Ar.....	19
2.6.3. Pesagem do Hidrómetro no Líquido de Referência	20
2.6.4. Alinhamento do Ponto da Escala com a Superfície do Líquido	24
2.7. PROJETO DE AUTOMATISMO.....	25
2.7.1. Introdução aos Sistema Automáticos.....	26
2.7.2. Suporte Lógico de Controlo (<i>LabVIEW</i>).....	27
2.7.3. Sistema de Alinhamento Automático	30
2.8. ESTIMATIVA DA INCERTEZA.....	33
2.8.1. Conceitos Básicos	35

2.8.2.	Medição	37
2.8.3.	Estimativas das Grandezas de Entrada	38
2.8.4.	Cálculo da Incerteza Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída	43
2.8.5.	Incerteza de Medição Expandida	45
3.	EQUIPAMENTOS E MÉTODOS	47
3.1.	INTRODUÇÃO	47
3.2.	MÉTODO DE CUCKOW	47
3.2.1.	Sistema de Medição	47
3.2.2.	Procedimento de Calibração	50
3.2.3.	Balanço de Incertezas	51
3.3.	Validação da Folha de Cálculo	54
3.4.	Validação da Medição Manual da Divisão de Escala	55
3.4.1.	Valor de Referência	55
3.5.	SISTEMA DE ALINHAMENTO AUTOMÁTICO	57
3.5.1.	Aquisição e Processamento de Imagem	58
3.5.2.	Determinação de K'	59
3.5.3.	Processo de Alinhamento	60
3.6.	VALIDAÇÃO DO AUTOMATISTO	62
3.6.1.	Determinação da Variação do Valor de $d1$	62
3.6.2.	Ensaio de Validação da Leitura do Menisco por Cima e Verificação da Validade do Sistema de Alinhamento Automático	63
3.6.3.	Ensaio de Validação da Leitura do Menisco por Cima	63
3.6.4.	Ensaio de Validação do Ângulo de Inclinação da Câmara	63
4.	RESULTADOS	65
4.1.	INTRODUÇÃO	65
4.2.	VALIDAÇÃO DA FOLHA DE CÁLCULO	65
4.3.	VALIDAÇÃO DA MEDIÇÃO MANUAL DA DIVISÃO DE ESCALA	66
4.4.	SISTEMA DE ALINHAMENTO AUTOMÁTICO	66
4.4.1.	Condições de Funcionamento do Motor	68
4.4.2.	Desenvolvimento da Parte Lógica	71

4.5.	VALIDAÇÃO DO AUTOMATISMO.....	80
4.5.1.	Determinação da variação do valor de d1	80
4.5.2.	Ensaio de verificação da validade da aplicação do sistema automático de alinhamento do menisco.....	81
4.5.3.	Ensaio de Validação da Leitura do Menisco por Cima.....	84
4.5.4.	Ensaio de Validação do Ângulo de Inclinação da Câmara	87
5.	CONCLUSÕES	91
5.1.	DISCUSSÃO DE RESULTADOS	91
5.2.	SUGESTÕES DE MELHORAMENTOS FUTUROS	93
5.3.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	93
	BIBLIOGRAFIA.....	95
	ANEXOS.....	99

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Constituição do LNM.....	9
Figura 2.2 – Fotos de vários sistemas de medição do LPL/IPQ.....	10
Figura 2.3 - Constituição de um hidrómetro	12
Figura 2.4 - Picnómetros	13
Figura 2.5 – Exemplo de um densímetro de tubo vibrante portátil	14
Figura 2.6 - Sistema de pesagem hidrostática do LPL/IPQ.	15
Figura 2.7 - Forças que atuam no hidrómetro no caso de flutuação livre num fluido.	18
Figura 2.8 - Forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no ar.	19
Figura 2.9 - Forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no líquido de referência.	20
Figura 2.10 - Efeito da tensão superficial e ação da capilaridade na zona do menisco	25
Figura 2.11 - Etapas de conceção de um automatismo.	26
Figura 2.12 - Estrutura de um sistema automático.	27
Figura 2.13 - Programação: a) textual; b) através de fluxo de dados.....	28
Figura 2.14 - A: Painel frontal; B: Menu de controlos.	29
Figura 2.15 - A: Diagrama de blocos; B: Menu de funções.	30
Figura 2.16 - Representação esquemática das marcas de escala A , L e da imagem virtual A'	31
Figura 2.17 - Obtenção do valor de K'	32
Figura 2.18 - Incerteza no resultado de medição.....	33
Figura 2.19 - Distribuição normal	41
Figura 2.20 - Distribuição retangular	42
Figura 2.21 - Distribuição triangular	43
Figura 3.1 - Sistema de calibração de hidrómetros pelo método de <i>Cuckow</i> do LPL/IPQ.....	48
Figura 3.2 - Interferómetro laser HP, 5518A do LCO/IPQ.	56
Figura 3.3 – Representação da divisão de escala de um hidrómetro.....	57
Figura 3.4 - A: <i>SmartCamera</i> NI1722; B: Suporte para a <i>SmartCamera</i> desenvolvido pelo LPL/IPQ	58
Figura 3.5 – Suta <i>Mitutoyo</i> do LCO/IPQ	60
Figura 3.6 - Servomotor <i>Mitsubishi AC servo motor</i> , <i>Melservo HC-MFS 13</i> do LPL/IPQ (A) e o seu suporte (B)	61
Figura 3.7 - Sistema de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ com os novos instrumentos acoplados	62
Figura 4.1 - Esquema do processo do alinhamento automático.....	67
Figura 4.2 - Caso de carga máxima aplicada ao servomotor marca, modelo do LPL/IPQ.....	68
Figura 4.3 - Diagrama de forças atuantes no cilindro no caso de carga máxima aplicada ao servomotor.....	68

Figura 4.4 - Dimensões do cilindro de vidro de vidro usado como <i>sinker</i> no sistema de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ.....	69
Figura 4.5 - Algoritmo da parte de programação desenvolvida	71
Figura 4.6 - Programa de aquisição e processamento de imagem	72
Figura 4.7 - Aquisição de imagem pelo <i>software</i> NI <i>Vision Builder</i> AI	73
Figura 4.8 - Determinação de ROI contendo L e A' (A) e de ROI contendo L e A (B) pelo <i>software</i> NI <i>Vision Builder</i> AI	73
Figura 4.9 - Determinação de $d1$ e $d2$ pelo <i>software</i> NI <i>Vision Builder</i> AI.....	74
Figura 4.10 - VI de controlo do servomotor.....	75
Figura 4.11 - Ligar/desligar motor	75
Figura 4.12 - Velocidade de rotação do servomotor	76
Figura 4.13 - Sentido de rotação.....	76
Figura 4.14 – Comparação de K e K' e execução do VI quando os valores forem iguais.	77
Figura 4.15 – Comparação de K e K' e execução do VI quando os valores forem diferentes... 77	
Figura 4.16 – Sub- VI para determinação de ρ_x	78
Figura 4.17 - Sub- VI para determinação de K'	78
Figura 4.18 - VI para contagem de tempo entre pesagens	79
Figura 4.19 - Painel frontal do programa de alinhamento automático	79
Figura 4.20 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,800\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência..	82
Figura 4.21 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,752\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência..	82
Figura 4.22 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,720\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.	83
Figura 4.23 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,700\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência.	83
Figura 4.24 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,650\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência..	84
Figura 4.25 - Imagens do alinhamento da escala por cima do menisco no ponto $999,0\text{ kg/m}^3$ do Areómetro AR01.....	85
Figura 4.26 - Imagens do alinhamento da escala por cima do menisco no ponto $987,0\text{ kg/m}^3$ do Areómetro AR01.....	86
Figura 4.27 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $0,700\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação inferior.	88
Figura 4.28 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $0,650\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior.	88
Figura 4.29 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $0,610\text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior.	89

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 - Grandezas de base e unidades de base do SI.....	4
Tabela 2.2 - Exemplos de grandezas derivadas e unidades derivadas do SI.....	5
Tabela 2.3 - Fatores de expansão k para diferentes números de graus de liberdade efetivos .	46
Tabela 3.1 - Resumo das características dos instrumentos de medição utilizados no método de Cuckow do LPL/IPQ.	49
Tabela 3.2 - Propriedades físicas do líquido de referência utilizado no pelo LPL/IPQ no método de Cuckow.	50
Tabela 3.3 - Dados utilizados para a validação da folha de cálculo utilizada pelo LPL/IPQ na calibração de hidrómetros.	55
Tabela 3.4 - Características metrológicas da suta Mitutoyo do LCO/IPQ	60
Tabela 4.1 – Comparação dos resultados obtidos manualmente e pela folha de cálculo para a determinação de indicação do hidrómetro.	65
Tabela 4.2 - Resultados dos ensaios de determinação da variação máxima de d_1 realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.	80
Tabela 4.3 - Resultados dos ensaios de verificação da validade da aplicação do sistema automático de alinhamento do menisco realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.	81
Tabela 4.4 - Resultados da calibração do Areómetro AR01, com leitura acima do menisco, efetuada pelo LPL/IPQ e pelo PTB e análise do erro normalizado.	85
Tabela 4.5 - Resultados dos ensaios de validação do ângulo de inclinação da câmara por calibração do Densímetro DN02.	87
Tabela 5.1 - Resultados da calibração dos hidrómetros padrão (AR01, DN02, DN61 e DN62) com o sistema de visualização do alinhamento do menisco.	92
Tabela A3.1 – Resultados de medição da divisão de escala do densímetro DN02 pelo interferómetro laser.....	105
Tabela A3.2 – Resultados de medição da divisão de escala do densímetro DN35 pelo interferómetro laser.....	105
Tabela A3.3 – Resultados de medição da divisão de escala do alcoómetro AL11 pelo interferómetro laser.....	106
Tabela A3.4 – Resultados de medição da divisão de escala do areómetro AR04 pelo interferómetro laser.....	106
Tabela A3.5 – Resultados de medição da divisão de escala do densímetro DN63 pelo interferómetro laser.....	107

Tabela A3.6 – Resultados de medição da divisão de escala do densímetro DN12 pelo interferómetro laser.....	107
--	-----

ABREVIATURAS

API	<i>American Petroleum Institute</i>
BIPM	<i>Bureau International des Poids et Mesures</i>
CEN	Comité Europeu de Normalização
CENAM	<i>Centro Nacional de Metrología</i>
CENELEC	Comité Europeu de Normalização Eletrotécnica
CGPM	<i>Conférence Générale des Poids et Mesures</i>
CIPM	Comité Internacional de Pesos e Medidas
EURAMET	<i>European Association of Metrology Institutes</i>
GUM	Guia Para a Expressão da Incerteza na Medição
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
INM	Instituto Nacional de Metrologia
IPQ	Instituto Português da Qualidade
ISO	Organização Internacional de Normalização (<i>International Standard Organization</i>)
LCO	Laboratório de Comprimento
LNM	Laboratório Nacional de Metrologia
LPL	Laboratório de Propriedades dos Líquidos
NI	<i>National Instruments</i>
NMI	<i>National Measurement Institutes</i>
NMIM	<i>National Measurement Institute of Mexico</i>
NMII	<i>National Metrology Institute of India</i>
OIML	Organização Internacional de Metrologia Legal

ONM	Organismo Nacional de Metrologia
PTB	<i>Physikalisch-Technische Bundesanstalt</i>
PLC	<i>Power Line Communication</i>
ROI	<i>Region Of Interest</i>
SI	Sistema Internacional de Unidades
SNGQ	Sistema Nacional de Gestão da Qualidade
SPQ	Sistema Português da Qualidade
VI	Instrumentos Virtuais (<i>Virtual Instruments</i>)
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

SIMBOLOGIA

A	Marca de escala abaixo de L
A'	Reflexo de A na superfície livre do líquido
C	Constante do oscilador utilizado na densimetria de tubo vibrante
c_i	Coeficiente de sensibilidade
d	Densidade de uma substância
d_1	Distância entre L e A
d_2	Distância entre L e A'
d_{t_1}	Distância entre zonas exteriores de dois traços de escala consecutivos
$D_{hidrómetro}$	Diâmetro da haste do hidrómetro
E_n	Erro normalizado
F_{Imp}	Força de impulsão
g	Aceleração da gravidade
g'	Aceleração da gravidade ao nível do banho termostático
$I_1(x, y)$	Imagem inicial adquirida pela <i>SmartCamera</i>
$I_1'(x, y)$	Imagem normalizada
$I_2(x, y)$	Imagem invertida e normalizada
K	Quociente entre d_2 e d_1
K'	Valor de correção de K
k	Fator de expansão
L	Marca do hidrómetro que se pretende calibrar
m	Massa de uma substância
M_a	Massa do hidrómetro no ar

m_a	Massa aparente do hidrómetro no ar
$m_{hidrómetro}$	Massa do hidrómetro
M_L	Massa do hidrómetro no líquido de referência
m_L	Massa aparente do hidrómetro no líquido de referência
M_T	Momento de rotação transmitido
n	Número de observações
P	Peso de um corpo
p	Pressão atmosférica
$S(X)$	Desvio padrão experimental do conjunto X
$S^2(X)$	Variância experimental do conjunto X
t	Espessura do traço de escala
T_0	Temperatura de referência de calibração
T_2	Temperatura do ar na pesagem do hidrómetro no ar
T_3	Temperatura do líquido de referência no momento da pesagem do hidrómetro no líquido de referência
t_{amb}	Temperatura do ambiente
T_c	Força de tração num cabo
$T_{ref.hidrómetro}$	Temperatura de referência do hidrómetro
T_s	Valor limite para normalização dos pixéis
U	Incerteza de medição expandida
U_r	Incerteza relativa
u_i	Incerteza padrão referente ao parâmetro i
$u(x_i)$	Incerteza padrão das grandezas de entrada
$u(y)$	Incerteza padrão da grandeza de saída

VM	Valor medido
VR	Valor real
\bar{X}	Média aritmética do conjunto X
X_i	Grandezas de entrada
x_i	Estimativa das grandezas de entrada
X_t	Distância horizontal entre a lente da câmara e a haste do hidrómetro
Y	Mensuranda
y	Estimativa da grandeza de saída
y_1	Divisão de escala
α_L	Coeficiente de expansão térmica do líquido de referência
β	Coeficiente de temperatura do vidro
γ_h	Tensão superficial do hidrómetro
γ_L	Tensão superficial do líquido de referência
γ_x	Tensão superficial do líquido
ε	Erro de medição
θ	Ângulo entre a lente da câmara e a horizontal
μ	Média
ν_{ef}	Graus de liberdade efetivos
ρ	Massa volúmica
ρ_0	Massa volúmica de uma matéria de referência
ρ_{a1}	Massa volúmica do ar na flutuação livre do hidrómetro no líquido
ρ_{a2}	Massa volúmica do ar na pesagem do hidrómetro no ar
ρ_{a3}	Massa volúmica do ar na pesagem do hidrómetro no líquido de referência
ρ_L	Massa volúmica do líquido de referência
ρ_r	Valor de massa volúmica indicada pela escala do hidrómetro

ρ_s	Massa volúmica das massas padrão utilizadas
ρ_x	Valor real de massa volúmica
σ	Desvio padrão

1. INTRODUÇÃO

1.1. ENQUADRAMENTO E OBJETIVOS DA DISSERTAÇÃO

Em consequência da procura continuada do aperfeiçoamento dos processos de calibração e de controlo metrológico por parte do Instituto Português da Qualidade foi proposto um estágio, por parte desta mesma entidade, no qual surge o desenvolvimento deste trabalho.

Este estudo teve como principal objetivo a otimização do processo de calibração de hidrómetros, denominado Método de Cuckow, utilizado pelo Laboratório de Propriedades dos Líquidos dos Laboratório Nacional de Metrologia do IPQ. A otimização desta metodologia de calibração prendeu-se com implementação de um automatismo com vista à melhoria dos resultados obtidos nos ensaios, a partir da sua aplicação, de modo a permitir uma maior confiança de resultados, através da diminuição da incerteza associada aos operadores, traduzindo-se numa diminuição da incerteza de medição padrão.

O automatismo desenvolvido foi aplicado ao atual sistema de medição para calibração de hidrómetros, desempenhando a função de alinhar a marcação de escala em calibração com a superfície livre do líquido através de uma técnica de processamento de imagem, função essa que atualmente é realizada por um operador com o auxílio de um mecanismo manual. Após implementação o sistema foi validado por comparação dos resultados obtidos na calibração de hidrómetros padrão.

1.2. ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

A presente dissertação é constituída por seis capítulos que, por sua vez, se dividem em vários subcapítulos.

O primeiro capítulo é composto por uma parte introdutória, onde é relevada a origem do projeto que sustenta este trabalho, assim como os seus principais objetivos.

No segundo capítulo é realizado o enquadramento teórico da dissertação, onde serão abordados temas mais gerais como o Sistema Internacional de Unidades, o conceito de Qualidade e a Metrologia em Portugal, mas também será feita referência a temáticas mais objetivas, assim como a Massa Volúmica e os instrumentos utilizados para a sua medição, o Método de Cuckow, a definição de Automatismo e uma introdução á programação em *LabVIEW*.

O terceiro capítulo abrange uma secção mais experimental do estudo. Aqui serão mencionados os procedimentos executados ao longo deste trabalho para os vários assuntos tratados, assim como os materiais e instrumentos utilizados.

No quarto capítulo são apresentados os resultados referentes aos estudos realizados ao longo da dissertação.

O quinto capítulo são comentados e discutidos os resultados obtidos nos mais relevantes ensaios e estudos realizados no âmbito deste projeto, apresentados no capítulo anterior.

Para finalizar, no sexto capítulo é apresentada uma breve conclusão dos diversos pontos considerados fundamentais ao longo do trabalho.

2. ENQUADRAMENTO TEÓRICO

2.1. INTRODUÇÃO

O presente capítulo visa fazer um enquadramento teórico do trabalho desenvolvido. Desta forma, serão abordados temas como: a necessidade da criação do sistema internacional de unidades e da sua formulação atual, o desenvolvimento do conceito de qualidade ao longo dos anos, tanto a nível mundial como em Portugal, o que implica uma referência ao Instituto Português da Qualidade, local onde o presente trabalho foi desenvolvido.

Em relação ao projeto, mais diretamente, serão abordadas matérias relacionadas com a grandeza massa volúmica, com os instrumentos de medição que permitem a sua determinação e ainda as metodologias empregues para a calibração desses mesmos instrumentos de medição, dando especial ênfase ao Método de Cuckow. Por último será feita uma breve abordagem ao conceito de automatismo e ao *software* de programação *LabVIEW*.

2.2. SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES

O *Bureau International des Poids et Mesures*, o BIPM, foi estabelecido pelo Artigo 1º da *Convention du Mètre*, em 20 de Maio de 1875, e tem como objetivo fornecer os fundamentos para um sistema de unidades de medida único e coerente para ser usado globalmente. O sistema métrico decimal original data da época da Revolução Francesa e era baseado no metro e no quilograma. Sob os auspícios da Convenção do Metro, assinada em 1875, foram feitos novos protótipos internacionais para o metro e para o quilograma, oficialmente aprovados pela primeira *Conférence Générale des Poids et Mesures* (CGPM), em 1889. Ao longo do tempo, este sistema foi evoluindo e atualmente contempla sete unidades de base. Em 1960, na 11ª CGPM foi decidido que deveria chamar-se *Système International d'Unités*, o SI (em português: o Sistema Internacional de Unidades). O SI não é estático, mas evolui de modo a acompanhar os requisitos globais cada vez mais exigentes para medições a todos os níveis de exatidão e em todas as áreas da ciência, tecnologia e desenvolvimento humano (BIPM, 2006).

As sete unidades de base do SI, i.e. o comprimento, a massa, o tempo, a corrente elétrica, a temperatura termodinâmica, a quantidade de matéria e a intensidade luminosa, constituem o fundamento que permite definir todas as unidades de medida do Sistema Internacional. Com o avançar da ciência e refinamento dos métodos de medição, estas definições vão necessariamente sendo revistas e melhoradas, tendo-se cada vez mais cuidado com as suas

realizações (BIPM, 2006). As grandezas de base e as suas unidades de base estão listadas juntamente com os símbolos correspondentes na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Grandezas de base e unidades de base do SI (adaptado de brochura SI BIPM)

Grandeza de base, Símbolo	Unidade de base, Símbolo	Definição
Comprimento l, h, r, x	metro m	O metro é o comprimento do trajeto percorrido pela luz, no vazio, durante um intervalo de tempo de 1/299 792 458 do segundo.
Massa m	quilograma kg	O quilograma é a unidade de massa; é igual à massa do protótipo internacional do quilograma.
Tempo t	segundo s	O segundo é a duração de 9 192 631 770 períodos da radiação correspondente à transição entre os dois níveis hiperfinos do estado fundamental de um átomo de célio 133.
Corrente elétrica I, i	ampere A	O ampere é a intensidade de corrente constante que, mantida em dois condutores paralelos, retilíneos, de comprimento infinito, de secção circular desprezável e colocados à distância de 1 metro um do outro no vazio, produziria entre estes condutores uma força de 2×10^{-7} newton por metro de comprimento.
Temperatura termodinâmica T	kelvin K	O kelvin, a unidade de temperatura termodinâmica, é a fração 1/273,16 da temperatura termodinâmica do ponto triplo da água.
Quantidade de matéria n	mole mol	A mole é a quantidade de matéria de um sistema que contém tantas entidades elementares quantos os átomos existentes em 0,012 quilograma de carbono 12. Quando se utiliza a unidade mole, as entidades elementares têm de ser especificadas e podem ser átomos, moléculas, iões, eletrões, outras partículas ou grupos bem definidos dessas partículas.
Intensidade luminosa I _v	candela cd	A candela é a intensidade luminosa, numa dada direção, de uma fonte que emite uma radiação monocromática de frequência 540×10^{12} hertz e cuja intensidade energética nessa direção é 1/683 watt por esterradiano.

As restantes grandezas são designadas por grandezas derivadas e são expressas usando unidades derivadas que são definidas como produtos de potências de unidades de base. Exemplos de grandezas derivadas e das suas unidades estão listadas na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 - Exemplos de grandezas derivadas e unidades derivadas do SI
(adaptado de brochura SI BIPM)

Grandeza derivada, Símbolo	Unidade derivada, Símbolo
superfície A	metro quadrado m^2
volume V	metro cúbico m^3
velocidade v	metro por segundo m/s
Aceleração a	metro por segundo quadrado m/s^2
número de onda σ,	metro à potência menos 1 m^{-1}
massa volúmica ρ	quilograma por metro cúbico kg/m^3
massa superficial ρ_A	quilograma por metro quadrado kg/m^2

O SI é de extrema importância e o seu desenvolvimento muito se deve ao despoletar de um outro conceito: o de qualidade. Este último é responsável pela revisão periódica das unidades SI e respetivas definições, de forma a acompanhar a evolução das técnicas de medição, melhorando assim a exatidão com que são determinadas (BIPM, 2006).

2.3. QUALIDADE

Segundo o Decreto-lei nº140/2004, 8 de Junho de 2004, qualidade pode definir-se como:
“*Conjunto de atributos e características de uma entidade ou produto que determinam a sua aptidão para satisfazer necessidades e expectativas da sociedade*” (Diário da República, 2004).

2.3.1. Objetivos, Motivo e Importância no Mercado Atual

A qualidade desempenha um papel fundamental na atividade de vários sectores sócio económicos, sendo um parâmetro de extrema importância pois uma boa política de qualidade irá traduzir-se num aumento do lucro (Diário da República, 2004). Com esse objetivo definido, é necessário que a gestão da qualidade de cada um desses setores seja feita de forma sistemática e transparente, para assim conseguir alcançar o sucesso. Esse sucesso pode ser conseguido

através da implementação e manutenção de um sistema concebido para melhoramento do desempenho, tendo em consideração as necessidades das partes interessadas. Este sistema deve ser idealizado, tendo em consideração os oito princípios básicos que constituem a ISO 9 000 (norma que descreve os fundamentos de sistemas de gestão da qualidade e especifica a terminologia que lhes é aplicável): focalização no cliente, liderança, envolvimento das pessoas, abordagem por processos, abordagem da gestão como um sistema, melhoria contínua, abordagem á tomada de decisão baseada nos factos e relações mutuamente benéficas com os fornecedores (Chambel, 2000).

Atualmente a normalização enfrenta grandes desafios, uma vez que os operadores económicos devem seguir normas definidas mundialmente, de forma a conseguirem um negócio sustentável, capaz de se integrar nacional e internacionalmente, e ainda com a frequente e importante preocupação de competitividade, no sentido de disponibilizarem os seus serviços/produtos com a melhor relação qualidade/preço face à concorrência (Diário da República, 2004).

2.3.2. Qualidade em Portugal

2.3.2.1. Sistema Português da Qualidade

De acordo com o Decreto-lei nº140/2004, 8 de Junho de 2004, podemos definir o Sistema Português da Qualidade (SPQ) como: *“Estrutura de âmbito nacional, que engloba, de forma integrada, as entidades que congregam esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e que assegura a coordenação dos três subsistemas: a normalização, a qualificação e a metrologia.”* (Diário da República, 2004).

Instituído em 1983 pelo Decreto-Lei nº165/83, o Sistema Nacional de Gestão da Qualidade (SNGQ), como era inicialmente denominado, foi substituído em 1993, através do Decreto-Lei nº 234/93, passando a adotar a sua atual designação, SPQ (Sousa, 2008). Este Sistema, gerido e coordenado pelo Instituto Português da Qualidade (IPQ), é responsável por garantir e desenvolver a qualidade através de todas as entidades que, voluntariamente ou por inerência de funções intervenham nos vários setores da nossa sociedade. Estas mesmas entidades, seguindo regras, princípios e procedimentos aceites internacionalmente, congregam esforços para a dinamização da qualidade. De forma a incitarem o desenvolvimento do país e o aumento da qualidade de vida da sociedade em geral, este sistema assegurando a coordenação de três subsistemas sendo estes: normalização, metrologia e qualificação (IPQ, 2014; Diário da República, 2004).

2.3.2.2. Instituto Português da Qualidade

Ao abrigo do Decreto-Lei nº 183/86, de 12 de Julho, foi criado o IPQ, organismo nacional responsável pelas atividades de normalização, certificação e metrologia, bem como pela unidade de doutrina e ação do SNGQ, e mais tarde, do SPQ.

O aumento das preocupações, a nível mundial, no domínio da qualidade, criou a necessidade de se proceder a certos ajustamentos nesta área. Desta forma, e ao abrigo do Decreto-Lei nº 113/2001, de 7 de Abril, foram sendo atribuídas maiores responsabilidades de intervenção e de coordenação a este instituto (Diário da República, 2004; Sousa, 2008). Desde então que o IPQ, sem sofrer alterações de maior relevo, tem mantido a sua missão de contribuir para o desenvolvimento económico do país, por via do aumento da produtividade e da competitividade, através da coordenação do SPQ e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe forem concebidos por lei, a promoção e a coordenação de atividades que visem contribuir para demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos, bem como o desenvolvimento das atividades necessárias à sua função de laboratório nacional de metrologia (IPQ, 2014; Sousa, 2008). Este instituto, enquanto Organismo Nacional da Normalização (ONN) e Laboratório Nacional de Metrologia (LNM), assegura a presença de Portugal, a nível internacional, nas estruturas europeias e internacionais, que lhe são relevantes para a sua missão. Estas são: Comité Europeu de Normalização (CEN); Comité Europeu de Normalização Eletrotécnica (CENELEC); Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM); Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) e Organização Internacional de Normalização (conhecida pelo seu termo em inglês *International Standardization Organization* – ISO).

2.4. METROLOGIA

A metrologia é a ciência da medição, provavelmente a mais velha ciência do mundo e o conhecimento de como é aplicada é, sem dúvida, uma necessidade fundamental em, praticamente, todas as áreas relacionadas com a ciência. A metrologia é essencial na medida em que contribui para a garantia da qualidade inerente aos métodos e instrumentos de medição utilizados em diversos setores da nossa sociedade, como empresas, organizações e atividades comerciais, no geral.

Enquanto ciência de medição, a metrologia abrange três tarefas fundamentais: a definição das unidades de medida internacionalmente aceites, a realização das unidades de medida, por

métodos científicos e o estabelecimento de cadeias de rastreabilidade, documentando a exatidão de uma medição (Howarth *et al.*, 2008).

2.4.1. Categorias da Metrologia

Segundo a Associação Europeia de Institutos Nacionais de Metrologia (em inglês, *European Association of National Metrology Institutes - EURAMET*), a metrologia divide-se em três categorias distintas entre si pelo seu grau de complexidade e exatidão:

- **Metrologia Científica:** que tem como objetivo o desenvolvimento e a manutenção dos padrões de medida;
- **Metrologia Legal:** garante a exatidão das medições quando estas têm influência nas transações comerciais;
- **Metrologia Industrial ou aplicada:** tem como principal objetivo a materialização e definição das unidades base.

As atividades de metrologia aplicada desenvolvidas no IPQ consistem na calibração de padrões de referência e na preparação e certificação de materiais de referência. Esta será também a área da metrologia diretamente relacionada com o tipo de trabalho que será desenvolvido ao longo deste trabalho.

2.4.2. Metrologia em Portugal

A estrutura da Metrologia em Portugal assenta no LNM, que é parte integrante do IPQ, nos laboratórios de calibração e ensaio acreditados e nas entidades com delegação de competências na área de Metrologia Legal (IPQ, 2009).

O LNM tem como responsabilidades o desenvolvimento do Sistema Nacional de Metrologia no que diz respeito aos padrões metrológicos nacionais, a rastreabilidade dos padrões de referência existentes no país, pela realização de ensaios de Controlo Metrológico e apoio técnico à Metrologia Legal, pela realização de comparações internacionais e nacionais. As suas principais funções são (IPQ, 2009; Diário da República, 1991): assegurar o desenvolvimento e a manutenção dos padrões nacionais de medida; garantir o rigor das medições, necessário ao desenvolvimento da metrologia industrial, através da coordenação e verificação das cadeias hierarquizadas de padrões; coordenar a execução de exercícios nacionais de intercomparação de padrões e ainda participar na acreditação dos laboratórios metrológicos.

O Departamento de Metrologia pode subdividir-se em Metrologia Legal, responsável pela supervisão das atividades regulamentares da metrologia e pela coordenação das entidades que intervêm no controlo metrológico, no Laboratório Nacional de Metrologia, onde estão subentendidos os vários Domínios Metrológicos (Comprimento e Ângulo; Fotometria, Radiometria e Radiofrequências; Quantidade de Matéria, Eletroquímica e Gases de Referência; Massa, Força e Pressão; Propriedades dos Líquidos; Temperatura; Tempo e Frequência; Volume; Eletricidade e Vibrações) e no Museu de Metrologia (Figura 2.1) (IPQ, 2006).

O IPQ possui à sua guarda artefactos históricos, como coleções de padrões nacionais das várias unidades de medida, das diferentes épocas históricas em que se efetuou um esforço nacional de unificação e uniformização dos padrões. A conservação destes bens históricos é de crucial importância, não só para o entendimento da história a nível científico como os antepassados pensavam e agiam no sentido da coerência nas trocas mercantis, mas também para perceber que a preocupação com a metrologia não é um assunto recente (IPQ, 2006).

Na Figura 2.1 é apresentado, de forma esquemática, a constituição do IPQ.

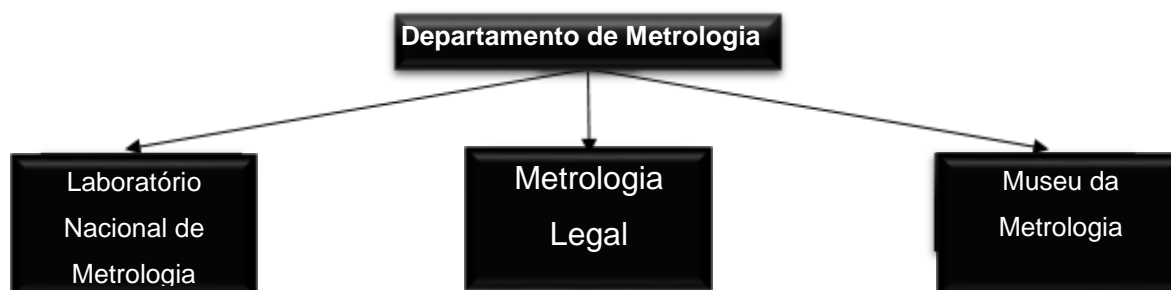


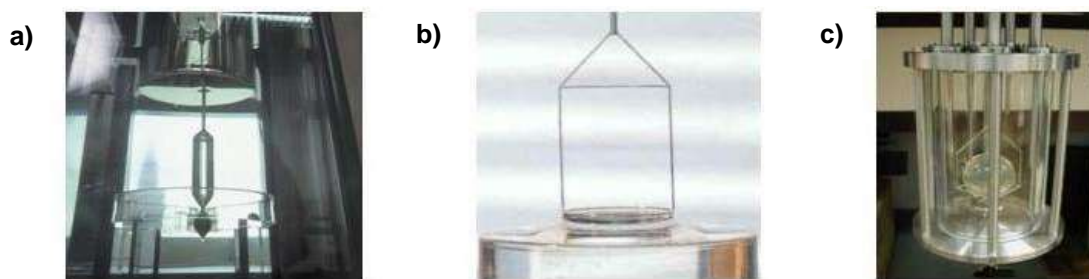
Figura 2.1 - Constituição do LNM (Adaptado de (IPQ, 2014))

2.4.3. Laboratório de Propriedades dos Líquidos

O Laboratório de Propriedades dos Líquidos (LPL) é o domínio metrológico do LNM responsável pelo desenvolvimento e manutenção de padrões nacionais das grandezas derivadas: massa volumica, tensão superficial e viscosidade. Neste âmbito, e de modo a garantir a rastreabilidade das medições realizadas em Portugal este Laboratório efetua a calibração de hidrómetros pelo método de Cuckow (Figura 2.2 A), de densímetros de tubo vibrante, de tensiómetros (Figura 2.2 B) e de viscosímetros capilares por método comparativo com padrões de referência. É ainda da

responsabilidade do LPL a certificação da massa volúmica (Figura 2.2 C), da tensão superficial e das viscosidades cinemática e dinâmica de amostras líquidas.

Na Figura 2.2 são apresentados os sistemas de medição em utilização no LPL/IPQ.



- a) Sistema de calibração de hidrómetros pelo método de Cuckow;
- b) Sistema de medição da tensão superficial de líquidos;
- c) Sistema de pesagem hidrostática para determinação da massa volúmica de líquidos.

Figura 2.2 – Vários sistemas de medição do LPL/IPQ. (Jacinto, 2012).

2.5. MASSA VOLÚMICA

Massa volúmica, ρ , é grandeza derivada definida como sendo o quociente da massa, m , pelo volume, V , (ISO 80 000, 2006) (Equação 2.1), expressa em unidades derivadas do SI em quilograma por metro cúbico (kg/m^3). Para exprimir esta grandeza podem ainda ser utilizados múltiplos e submúltiplos do SI, tais como: g/cm^3 , g/mL e g/dm^3 (Gupta, 2002).

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Equação 2.1

Esta grandeza é essencial no controlo da maioria dos processos industriais, permitindo uma melhor condução do processo e a determinação exata da quantidade e qualidade do produto, nomeadamente: na Indústria das bebidas, para a determinação do teor de álcool em misturas binárias, do teor de açúcar nos refrigerantes e nos sumos de fruta; na Indústria farmacêutica, para a determinação da gravidade específica de preparações medicinais; na Indústria petrolífera, para a determinação da gravidade API e no controlo de qualidade dos combustíveis e aditivos; na Indústria nuclear e química, para a determinação da concentração dos ácidos, bases e outras soluções na concentração de substâncias radioativas; na Indústria de alimentos, cosméticos, entre outras

Existem vários fatores que influenciam a massa volúmica, como é o caso da temperatura, da pressão atmosférica e da humidade relativa. Estes parâmetros devem ser considerados na medição da massa volúmica, de forma a obter resultados com um maior grau de precisão (Gupta, 2002).

Por diversas vezes o termo densidade é utilizado para definir o grau de compactação de um corpo. Isso ocorre devido as traduções diretas do inglês, em que se utiliza o termo “density”. No caso da designação portuguesa, o termo correto é massa volúmica, proveniente do termo francês “masse volumique” (Furtado, 2011). A densidade pode definir-se como sendo a razão entre a massa volúmica de uma matéria, ρ , e a massa volúmica de uma matéria de referência (ρ_0 – geralmente água a 4 °C) (Equação 2.2).

$$d = \frac{\rho}{\rho_0} \qquad \text{Equação 2.2}$$

Esta grandeza é, por diversas vezes, denominada erradamente por densidade relativa. Podemos também afirmar, como se pode concluir pela equação que a traduz, que se trata de uma unidade adimensional.

2.5.1. Determinação da Massa Volúmica de Líquidos

São vários os métodos existentes que permitem a determinação da massa volúmica de líquidos. Estes métodos diferem, não só nos princípios nos quais se baseiam, como também na sua precisão dos resultados obtidos. Em muitos casos, as características do processo determinam qual o melhor método a ser utilizado.

A massa volúmica é obtida através de técnicas simples, podendo estas ser apoiadas em dois princípios básicos: medição estática e medição dinâmica. A medição estática encontra-se mais desenvolvida, implica menos custos produzindo ainda resultados mais precisos. Já os métodos dinâmicos apresentam um elevado custo, pois, por serem totalmente automatizados, requerem a utilização de alta tecnologia (Eren, 1999).

Das diversas metodologias estáticas existentes destacam-se a hidrometria, a picnometria, a densimetria de tubo vibrante e a pesagem hidrostática.

2.5.1.1. Hidrometria

Hidrômetros são instrumentos que medem a massa volúmica de um líquido à temperatura de referência, quando postos a flutuar nesse mesmo líquido, sendo o valor da massa volúmica do líquido o ponto de intersecção da escala fixada na haste do hidrómetro, no estado de equilíbrio com a superfície plana do líquido. Para além da haste são ainda constituídos por um bolbo onde se encontra o contrapeso (Figura 2.3.). Normalmente algumas das suas características metrológicas são indicadas na escala ou no bolbo. A tipologia de hidrómetros depende da sua constituição. De acordo com o âmbito de utilização, os hidrómetros são designados por: alcoómetros, que medem o título alcoométrico em percentagem volúmica de etanol (% vol. Etanol); sacarímetros, para determinação do título de sacarose; areómetros para álcool, usados para medir a massa volúmica de misturas hidroalcoólicas em kg/m^3 ou em g/dm^3 ; areómetros Baumé, que medem a massa volúmica em $^{\circ}\text{Baumé}$; densímetros, que medem a massa volúmica de um líquido em g/mL ou g/cm^3 ; mostímetros, areómetro que possui três escalas: $^{\circ}\text{Baumé}$, % açúcar e kg/m^3 que medem a massa volúmica de misturas hidroalcoólicas; lactodensímetros que são hidrómetros de massa constante que medem a massa volúmica do leite ou líquidos constituídos por leite; etc. Esta ampla variedade faz com que os hidrómetros possam ser aplicados em vários tipos de indústria (Bentancor, 2013; Pereira *et. al.*, 2003).

Na figura 2.3 é ilustrado a constituição de um hidrómetro.

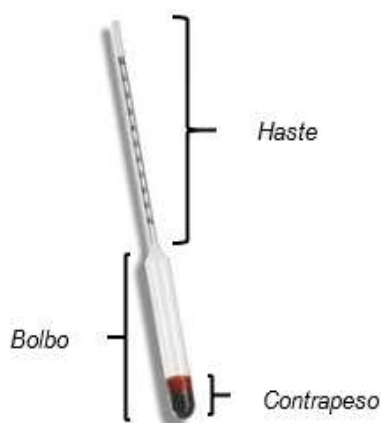


Figura 2.3 - Constituição de um hidrómetro

Este método demonstra ser vantajoso pois é um método simples e de instrumentação com preço acessível. É, também, um processo rápido caso não tenham de ser realizados ajustes de

temperatura e a determinação da massa volúmica é direta, sem ser necessário efetuar cálculos. As desvantagens relacionam-se com os instrumentos frágeis, ser necessário um grande volume de amostra e ser um processo longo no caso de ser necessário ajustes de temperatura (Metler Toledo, 2014).

2.5.1.2. Picnometria

Os picnómetros (Figura 2.4) são utilizados para a determinação da massa volúmica de líquidos viscosos, tais como tintas e vernizes, utilizando o princípio da determinação da massa de líquido contido e tendo em conta o volume do picnómetro obtido através da sua calibração. A determinação do volume do picnómetro é efetuada através do método gravimétrico, que consiste na determinação da massa de água destilada contida no picnómetro que é posteriormente convertida em volume, para uma temperatura de 20 °C, utilizando fórmulas e tabelas adequadas. Recorrendo à relação entre a massa e o volume (Equação 2.1) é então possível determinar a massa volúmica, ρ , do líquido de massa, m , contido no picnómetro de volume, V (Univerzita Komenského v Bratislave, 2006)

A simplicidade do método, a elevada precisão de resultados e a instrumentação de preço relativamente acessível são algumas das vantagens da utilização deste método. Como desvantagens é de referenciar a instrumentação frágil, a gama de massas volúmicas pouco ampla, a necessidade de cálculos extra, após a obtenção de resultados e a necessidade de acoplar uma balança ao sistema (Metler Toledo, 2014).

São apresentados alguns tipos de picnómetros na Figura 2.4.

a)



b)



a) Líquidos;
b) Sólidos.

Figura 2.4 – Tipos de picnómetros (Jacinto, 2012).

2.5.1.3. Densimetria de Tubo Vibrante

O princípio de funcionamento de um densímetro de tubo vibrante (Figura 2.5) baseia-se na lei da oscilação harmónica, na qual um tubo em U , preenchido com amostra a analisar, é submetido a uma força eletromagnética. Por medição da frequência da vibração do conjunto determina-se o valor da massa volúmica da amostra. O tubo em U oscila na sua frequência natural ($1/\tau$), função da sua massa (m). Considerando que o volume de amostra dentro da célula é sempre igual (V), resulta que a frequência de oscilação depende unicamente da massa volúmica da amostra (ρ), onde C é a constante do oscilador (Equação 2.3) (Furtado, 2011).

$$\tau = 2\pi \cdot \sqrt{\frac{\rho V + m}{C}}$$

Equação 2.3

Na figura 2.4 é apresentado um exemplo de um densímetro de tubo vibrante portátil.



Figura 2.5 – Exemplo de um densímetro de tubo vibrante portátil

2.5.1.4. Pesagem Hidrostática

O método da pesagem hidrostática é utilizado para a medição da massa volúmica de gases, líquidos e sólidos através da determinação das forças atuantes num sólido quando imerso num líquido. Esta metodologia é fundamentada no princípio de Arquimedes que enuncia que todo o corpo mergulhado num fluido, líquido ou gasoso, em repouso, fica sujeito a uma força vertical

com sentido ascendente, cuja intensidade é igual ao valor do peso do fluido deslocado pelo corpo.

Esta técnica requer a utilização de uma balança com um dispositivo de hidrostática (Figura 2.6) e de um padrão de massa volúmica, muitas vezes uma esfera de silício ou de Zerodur de massa e volume conhecidos. Ao realizar a pesagem do padrão dentro e fora do líquido em estudo, a diferença entre os resultados obtidos possibilitarão a determinação da sua massa volúmica (Furtado, 2011).

Na Figura 2.6 encontra-se o sistema de pesagem hidrostática do LPL/IPQ.

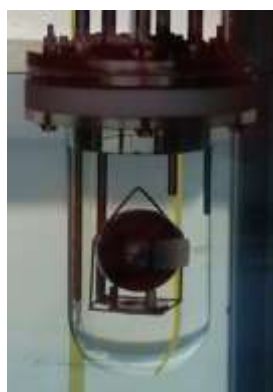


Figura 2.6 - Sistema de pesagem hidrostática do LPL/IPQ.
(Jacinto, 2012)

2.5.2. Calibração

De acordo com a 1ª edição Luso-Brasileira do Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), a calibração define-se como a operação que estabelece, sob condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção dum resultado de medição a partir duma indicação (JCGM:200, 2012).

A calibração dos instrumentos de medição utilizados na determinação da massa volúmica de líquidos permite, não só, garantir a rastreabilidade metrológica dos resultados das medições ao SI, assim como o conhecimento do erro de medição (diferença entre o valor medido duma grandeza e o valor de referência) (JCGM:200, 2012) e da incerteza de medição (JCGM:200, 2012) associada a cada instrumento de medição. A periodicidade das calibrações é estabelecida de acordo com as características do equipamento, a frequência e tipo de utilização e baseando-

se na experiência de calibrações anteriores, de modo a garantir que o equipamento cumpre os EMA durante o intervalo entre calibrações (IPAC OGC002, 2011).

2.5.2.1. Método de Calibração de Hidrómetros

A calibração de hidrómetros pode ser efetuada de acordo com 3 metodologias principais: por comparação direta; pelo método do anel e pelo método de Cuckow (Gupta, 2002).

O método de Cuckow (Cuckow, 1949), técnica utilizada pelo IPQ e pela grande maioria dos Laboratórios Nacionais de Metrologia, é a designação atribuída ao procedimento realizado para a calibração de hidrómetros baseado em pesagem hidrostática. Apoiado no princípio de Arquimedes, este método relaciona a massa do hidrómetro e o volume imerso com base em três processos: flutuação do hidrómetro no líquido de referência, pesagem do hidrómetro no ar e pesagem no líquido de referência. Desta forma é possível relacionar um conjunto de equações de maneira a obter o valor exato de massa volúmica do líquido onde o hidrómetro flutua livremente em estado de equilíbrio (Lorefice, *et al.*, 2006).

A principal vantagem deste método reside no facto de ser possível realizar a calibração de hidrómetros de qualquer gama, através da medição da sua massa aparente quando este se encontra mergulhado num líquido em que é conhecido, *à priori*, a sua massa volúmica (Gupta, 2002).

Esta matéria será apresentada em maior detalhe no ponto 2.6.

O método de comparação direta demonstra ser o método mais simples, fácil e com menores custos para a calibração de hidrómetros. Resumidamente, esta técnica utiliza diferentes líquidos de referência, de massa volúmica conhecida, onde os hidrómetros são colocados a flutuar livremente, sendo alterada a massa volúmica do líquido (mistura) até que o referido ponto de calibração esteja alinhado com a superfície livre deste, sendo assim possível determinar o valor real desse mesmo ponto.

A grande desvantagem desta técnica reside no fato de serem necessários vários líquidos de referência, que abranjam a gama de massas volúmicas de todos os hidrómetros a calibrar. Consiste ainda num processo demoroso, visto ser necessária a estabilização térmica de acordo com a temperatura de referência do método (Metas e Metrólogos Associados, 2010).

O *National Measurement Institute of Mexico* (NMIM), motivado pelas vantagens do método da comparação, iniciou estudos com vista a sua otimização, tendo desenvolvido o método do anel. Este método pode ser utilizado para a calibração de hidrómetros num intervalo de massa volúmica de (600 a 1 000) kg/m³. Neste método é apenas necessária a utilização de um único

líquido de referência (ex.: água destilada com recurso à utilização de pequenos anéis metálicos, introduzidos na haste do hidrómetro, de modo a que este fique mais denso que o líquido de referência, sendo possível a sua flutuação na vertical. Os anéis são escolhidos de acordo com o ponto da escala a calibrar. Através deste procedimento é possível determinar o valor real de massa volúmica num determinado ponto da escala do hidrómetro a calibrar.

2.6. MÉTODO DE CUCKOW

A calibração de hidrómetros no IPQ é realizada pelo método da pesagem hidrostática, denominado por Método de Cuckow (Cuckow, 1949). Este processo relaciona um conjunto de equações obtidas em três fases distintas do processo: a primeira a flutuação do hidrómetro no líquido de referência; numa segunda a pesagem do hidrómetro no ar e por último a pesagem no líquido de referência. Deste modo é possível obter uma relação entre a massa do hidrómetro e o volume imerso, relação este que corresponde à massa volúmica do líquido onde o hidrómetro flutua livremente em estado de equilíbrio (fase 1) (Lorefice *et al.*, 2006).

2.6.1. Flutuação do Hidrómetro no Líquido de Referência

Quando um hidrómetro flutua livremente num líquido de massa volúmica ρ_x , a uma temperatura de referência $t=T_0$, com a correspondente indicação da escala ρ_r , está sujeito a forças descendentes e ascendentes que atuam sobre ele. A força gravítica e a força devida à tensão superficial do líquido γ_x (forças descendentes) que atua na haste do hidrómetro são equilibradas pela força de impulsão devida à deslocação do volume V do hidrómetro abaixo da superfície do líquido e pela força de impulsão do ar deslocado pelo volume v da haste do hidrómetro (forças ascendentes) acima da superfície do líquido (Figura 2.7) (Furtado, *et.al*, 2014).

Na Figura 2.7 é apresentado um esquema das forças que atuam no hidrómetro no caso de flutuação livre num fluido.

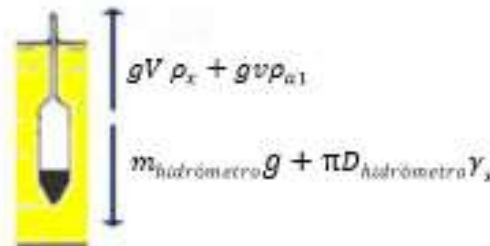


Figura 2.7 - Forças que atuam no hidrómetro no caso de flutuação livre num fluido. Adaptado de (Furtado et al., 2014)

A partir deste diagrama de corpo livre acima esquematizado podemos chegar a seguinte equação de equilíbrio:

$$m_{hidrómetro}g + \pi D_{hidrómetro} \times \gamma_x = gV\rho_x + gv\rho_{a1} \quad \text{Equação 2.4}$$

Em que,

$m_{hidrómetro}$ – Massa do hidrómetro (g);

g – Aceleração da gravidade no local do ensaio (cm/s²);

$D_{hidrómetro}$ – Diâmetro da haste do hidrómetro (cm);

ρ_{a1} – Massa volúmica do ar (g/cm³);

γ_x – Tensão superficial do líquido (mN/m);

ρ_x – Valor real de massa volúmica (g/cm³);

V – Volume do hidrómetro imerso (cm³);

v – Volume do hidrómetro acima da superfície livre do líquido (cm³);

2.6.2. Pesagem do Hidrómetro no Ar

Quando o hidrómetro é pesado no ar existem duas forças a atuar sobre ele, em equilíbrio com a tensão do fio, que se traduz numa força aplicada à célula de carga da balança: a força descendente devido à gravidade e a força ascendente devido à impulsão do ar deslocado pelo volume do hidrómetro (Figura 2.8) (Furtado, *et.al*, 2014).

Na Figura 2.8 encontra-se esquematizado Forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no ar.

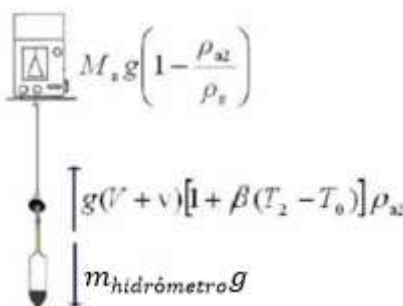


Figura 2.8 - Forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no ar. Adaptado de (Furtado, *et.al*, 2014)

Deste diagrama obtém-se a seguinte equação de equilíbrio:

$$M_a g \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s} \right) = m_{\text{hidrómetro}} g - g(V + v)[1 + \beta(T_2 - T_0)]\rho_{a2} \quad \text{Equação 2.5}$$

Onde,

M_a – Massa do hidrómetro no ar (g);

ρ_s – Massa volúmica das massas padrão utilizadas ($\rho_s = 8 \pm 0,8 \text{ g/cm}^3$);

β – Coeficiente de temperatura do vidro do hidrómetro ($\beta = (25 \pm 2) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$);

T_2 – Temperatura do ar ($^{\circ}\text{C}$);

ρ_{a2} – Massa volúmica do ar (g/cm^3);

T_0^1 – Temperatura de referência de calibração (20 °C);

Como o termo $v\beta(T_2 - T_0)$ é desprezável, visto ser de uma ordem de grandeza muito inferior a qualquer dos outros termos, obtemos a rearranjada equação de equilíbrio:

$$M_a \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right) \cong m_{\text{hidrómetro}} - V\rho_{a2}[1 + \beta(T_2 - T_0)] - v\rho_{a2} \quad \text{Equação 2.6}$$

2.6.3. Pesagem do Hidrómetro no Líquido de Referência

O hidrómetro é pesado parcialmente submerso até à altura correspondente à indicação da escala ρ_r , num líquido de referência de massa volúmica ρ_L à temperatura T_3 , que não é necessariamente igual a T_0 . Existem duas forças que atuam no hidrómetro no sentido descendente: a força gravítica e a força devida à tensão superficial do líquido de referência γ_L que atua na haste do hidrómetro. Existem ainda duas forças que atuam no sentido ascendente: a força de impulsão devida ao líquido deslocado pelo volume V do hidrómetro e a força de impulsão devida ao ar deslocado pelo volume v (ver Figura 2.9) (Furtado, *et.al*, 2014).

As forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no líquido de referência encontram-se esquematizadas na Figura 2.9.

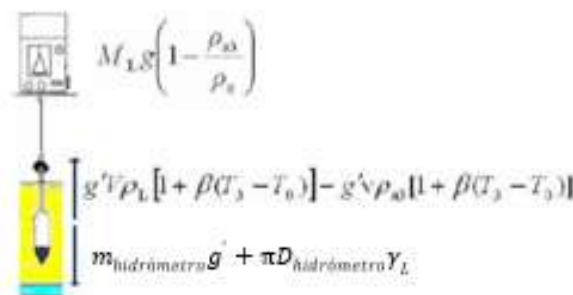


Figura 2.9 - Forças que atuam no hidrómetro durante a pesagem no líquido de referência.
Adaptado de (Furtado, *et.al*, 2014)

Da Figura 2.9 resulta a seguinte equação de equilíbrio:

$$M_L g \left(1 - \frac{\rho_{a3}}{\rho_s}\right) = m_{\text{hidrómetro}} g' + \pi D_{\text{hidrómetro}} \gamma_L - g' V \rho_L [1 + \beta(T_3 - T_0)] - g' v \rho_{a3} [1 + \beta(T_3 - T_0)] \quad \text{Equação 2.7}$$

¹ T_0 da figura 2.8 passará a ser denotado como $T_{\text{ref Hidrómetro}}$, temperatura para qual o densímetro foi concebido de modo a ser diferenciado de T_0 enquanto temperatura de referência da calibração.

Onde,

M_L – Massa do hidrómetro no líquido de referência (g);

ρ_{a3} – Massa volúmica do ar no momento da pesagem hidrostática (g/cm³);

g' - Aceleração da gravidade ao nível do banho termostático (cm/s²);

γ_L – Tensão superficial do líquido de referência (mN/m);

T_3 – Temperatura do líquido de referência no momento da calibração (°C);

Podemos rearranjar esta equação, visto que a contribuição devido ao gradiente vertical da gravidade ser desprezável, ou seja, $g' \cong g$, e o termo $v\beta(T_3 - T_0)$, visto ser de uma ordem de grandeza muito inferior. Destas conclusões, resulta (Furtado *et.al*, 2014):

$$M_L \left(1 - \frac{\rho_{a3}}{\rho_s}\right) \cong m_{\text{hidrómetro}} + \frac{\pi D_{\text{hidrómetro}} \gamma_L}{g} - V \rho_L [1 + \beta(T_3 - T_{\text{ref hidrómetro}})] - v \rho_{a3} \quad \text{Equação 2.8}$$

Após realizado todo o processo descritos nos três tópicos anteriores, estão, então, adquiridas as condições de determinar o valor real da massa volúmica do líquido no ponto correspondente à indicação de escala.

Assumindo que a variação da massa volúmica do ar ρ_a e o termo que representa a impulsão do ar, nas várias equações, na haste emergente do hidrómetro, são desprezáveis por serem de uma ordem de grandeza muito inferior a qualquer dos outros termos da equação, podemos determinar a massa volúmica do líquido ρ_x , combinando as Equações 2.4, 2.6 e 2.8. Desta forma, temos (Furtado, *et.al*, 2014).

$$\rho_x \cong (\rho_L(T) - \rho_{a2}) \frac{\left[M_a \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right) + \frac{\pi D_{\text{hidrómetro}} \gamma_x}{g} \right]}{\left[M_a \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right) - M_L \left(1 - \frac{\rho_{a3}}{\rho_s}\right) + \frac{\pi D_{\text{hidrómetro}} \gamma_L}{g} \right]} \times [1 + \beta(T_3 - T_{\text{ref hidrómetro}})] + \rho_{a2} \quad \text{Equação 2.9}$$

De modo a fazer algumas simplificações na equação, visto esta ser muito extensa, é realizada a substituição da massa convencional pela massa aparente, como descrito nas Equações 2.10 e 2.11.

$$m_a = M_a \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right) \quad \text{Equação 2.10}$$

$$m_l = M_l \left(1 - \frac{\rho_{a3}}{\rho_s}\right) \quad \text{Equação 2.11}$$

Em que,

m_a – Massa aparente do hidrómetro no ar (g);

m_l – Massa aparente do hidrómetro no líquido de referência (g);

Considerando também a mudança de variável:

$$\varphi = \frac{\pi D_{\text{hidrómetro}}}{g} \quad \text{Equação 2.12}$$

Dado isto, podemos obter uma simplificação da Equação 2.8, ficando:

$$\rho_x \cong (\rho_L(T_0) - \rho_{a2}) \frac{[m_a + \varphi \gamma_x]}{[m_a - m_L + \varphi \gamma_L]} \times [1 + \beta(T_3 - T_{\text{ref hidrómetro}})] + \rho_{a2} \quad \text{Equação 2.13}$$

De todos os parâmetros de que a determinação de massa volúmica correspondente ao ponto de escala onde o hidrómetro interseja o líquido de referência, ρ_x , à que ter especial atenção à determinação de três (Furtado *et.al*, 2014):

- $\rho_L(T_3)$ – Massa volúmica do líquido de referência à temperatura T_3 obtida a partir do valor do certificado de massa volúmica a $20^\circ C$ ($\rho_L(T_0)$) e do coeficiente de expansão

térmica do líquido (α_L) de referência, em $\text{g/cm}^3\cdot\text{K}$. Estes termos estão relacionados através da equação:

$$\rho_L(T_3) = \rho_L(T_0) - \alpha_L(T_0 - T_3) \quad \text{Equação 2.14}$$

- ρ_a – Massa volúmica do ar à temperatura ambiente, t_{amb} , pressão atmosférica, p , em bar e humidade relativa do ar, h_r , em %, calculada a partir da versão simplificada da fórmula CIPM (Comité Internacional de Pesos e Medidas):

$$\rho_{a2} = \frac{0,348444p - h_r(0,00252t_{amb} - 0,020582)}{273,15 + t_{amb}} \quad \text{Equação 2.15}$$

Esta equação produz resultados com uma incerteza expandida de $0,00141 \text{ kg/m}^3$ nas seguintes condições ambientais (as incertezas de medição das grandezas p , t_{amb} e h_r não estão incluídas):

$$600\text{hPa} \leq p \leq 1100\text{hPa}$$

$$20\% \leq h_r \leq 80\%$$

$$15^\circ\text{C} \leq t \leq 27^\circ\text{C}$$

- γ_h – Tensão superficial de referência do hidrómetro (mN/m). Regra geral, o valor da tensão superficial dos líquidos onde o hidrómetro é utilizado ou a classe de tensão superficial à qual pertence o hidrómetro vem descrito na haste deste. Caso seja indicada o valor da classe, o referido valor de tensão superficial no ponto de escala ensaiado é obtido por interpolação.

2.6.3.1. Líquido de Referência

Tal como anteriormente descrito o método de Cuckow para calibração de hidrómetros pressupõe a utilização de um líquido de referência. Deste líquido é crucial o conhecimento da sua massa volúmica, do seu coeficiente de temperatura e ainda da sua tensão superficial, todas propriedades físicas que serão tomadas em consideração na determinação do erro de indicação do hidrómetro a calibrar.

A água constitui um líquido de referência usualmente utilizado neste tipo de calibração dadas as suas inúmeras vantagens, nomeadamente, o facto de ser barata, não tóxica e não corrosiva, fácil de manusear e a variação da sua massa volúmica com a temperatura é conhecida (Spieweck & Bettin, 1992; Tanaka . *et al.*, 2001) com elevado grau de exatidão (Contudo, a utilização da água como líquido de referência também apresenta algumas desvantagens, tais como: o desconhecimento sobre os gases dissolvidos, sobre as composições isotópicas e sobre as

possíveis contaminações que podem levar ao aumento de incerteza de parte por milhão para % e a sua elevada tensão superficial (~ 75 mN/m) causa problemas na pesagem hidrostática e pode variar devido à contaminação da superfície, levando ao aumento da incerteza.

Resultado deste balanço de vantagens e inconvenientes da utilização da água como líquido de referência para a calibração de hidrómetros o IPQ, em semelhança com outros NMI, escolheu como líquido de referência o n-nonano. Este hidrocarboneto apresenta diversas vantagens relativamente à água, nomeadamente: maior estabilidade da sua composição e por conseguinte uma menor variação da referência; uma menor tensão superficial (~ 23 mN/m), facilitando o alinhamento da superfície livre do líquido com a escala do hidrómetro; uma massa volúmica (718 kg/m^3) inferior à da água (998 kg/m^3) permitindo a flutuação na vertical de hidrómetros de densidade igual ou superior; e por último apresenta um coeficiente de temperatura, β , superior ao da água, apresentando deste modo uma maior sensibilidade pequenas variações de temperatura.

Em contrapartida, o n-nonano apresenta elevada inflamabilidade e riscos acrescidos para a saúde quando não manuseado em condições de segurança. Acresce ainda o elevado preço de aquisição comparativamente ao da água (Gupta, 2002).

2.6.4. Alinhamento do Ponto da Escala com a Superfície do Líquido

Como descrito em 2.6.3, na pesagem do líquido de referência num determinado ponto da escala, é necessário que traço esteja sobreposto com a superfície do líquido de referência, podendo ainda o alinhamento ser feito por cima ou ao nível, dependendo da tipologia do hidrómetro, de modo a que seja determinado o erro de indicação do hidrómetro nesse ponto da escala. Uma das grandes dificuldades desta leitura de resultados, e também a principal motivação do presente trabalho, relaciona-se com o efeito da tensão superficial e a ação da capilaridade que surgem quando o hidrómetro é colocado dentro do líquido. Estes fenómenos provocam, na zona de contacto entre o material constituinte do hidrómetro (normalmente vidro) e o líquido de referência, uma curvatura (Figura 2.10) (Lee, *et al.*, 2004).

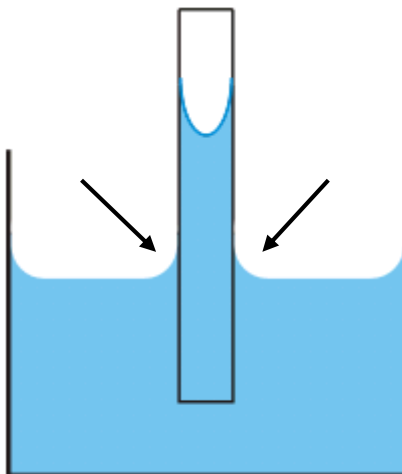


Figura 2.10 - Efeito da tensão superficial e ação da capilaridade na zona do menisco

Este fenómeno dificulta a visualização a olho nu por um operador qualificado da zona de intersecção entre o menisco e o referido ponto de indicação de escala. Deste modo, torna-se inevitável a introdução de erro humano no processo de calibração, sendo a maior contribuição para incerteza do método. Pretende o presente trabalho contornar esta limitação através da automatização da deteção do alinhamento do menisco.

2.7. PROJETO DE AUTOMATISMO

De forma a diminuir as incertezas existentes nos resultados obtidos pelo método de Cuckow para calibração de hidrómetros foi desenvolvido, no *Centro Nacional de Metrología* (CENAM), instituição pertencente ao *National Measurement Institute of Mexico* (NMI), um estudo com o objetivo de otimizar o processo (Peña *et. al*, 2007)

Como referido no ponto 2.6, uma das principais desvantagens do método surge no alinhamento do menisco o referido ponto de indicação de escala, ao que foi idealizado um sistema que automatiza-se essa função, reduzindo as incertezas relacionadas com o erro humano.

Fundamentalmente, este novo sistema é constituído por um sistema de visionamento, responsável por adquirir imagens da zona do menisco e o referido ponto de indicação de escala, e em seguida processar essas mesmas imagens e por um servomotor, que terá a funcionalidade de fazer subir e descer o nível do líquido de referência.

Tanto o sistema de visionamento como o servomotor estarão interligados através de um *software* de controlo, que movimentará o servomotor de acordo com a informação que recebe do processamento de imagem.

2.7.1. Introdução aos Sistema Automáticos

Os automatismos podem ser definidos como dispositivos que permitem que determinado sistema funcione de uma forma autónoma e automática, sendo a intervenção de um operador reduzida ao mínimo indispensável (OMRON, 2003). Para a sua realização é necessário passar por um conjunto de etapas, desde a ideia inicial, até à sua concretização, nas quais se incluem o estudo prévio, a preparação, a execução e a conclusão (Figura 2.11).

Na Figura 2.11 encontram-se apresentadas as etapas até à conceção de um automatismo.



Figura 2.11 - Etapas de conceção de um automatismo.
Adaptado de (OMRON, 2003)

No caso de ser bem concedido, um automatismo tem como principal vantagem a de simplificar consideravelmente o trabalho do operador, eliminando as tarefas mais complexas, perigosas, pesadas ou indesejadas (Palma, 2012).

Quanto à sua estrutura, um automatismo pode ser dividido em três partes (Palma, 2012): entradas, onde se encontram todos os dispositivos que recebem informações do sistema a controla (sensores), saídas, constituído pelos dispositivos atuadores e sinalizadores e parte lógica, onde é feita a interligação que vai permitir atuar a saída em função dos dados recebidos pelas entradas, sendo, por isso, nesta fase que se define as características de funcionamento (Figura 2.12) (Palma, 2012).

Na Figura 2.12 ilustra-se a estrutura de um sistema automático

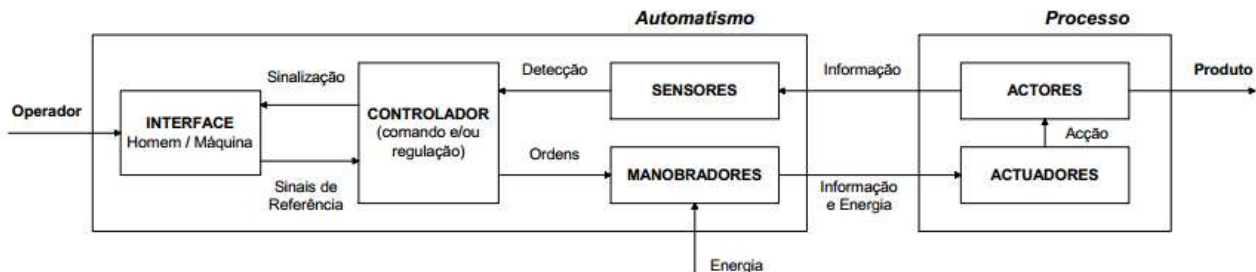


Figura 2.12 - Estrutura de um sistema automático. Adaptado de (Palma, 2012)

2.7.2. Suporte Lógico de Controlo (*LabVIEW*)

Todo o automatismo necessita de um controlador, de modo a fazer a interligação entre as entradas e saídas do sistema. O suporte lógico de controlo utilizado para este projeto foi o *LabVIEW*, visto ser o *software* de programação utilizado no IPQ.

O *LabVIEW* foi originado de forma a automatizar aplicações de instrumentação para diversas áreas de engenharia e de ciências laboratoriais. Apesar dos engenheiros e dos cientistas possuírem, normalmente, um raciocínio muito técnico, existem algum desconforto no que toca aos assuntos relacionados com engenharia informática e ciências da computação, pelo que esconder dos ambientes de *software* os pormenores típicos da programação textual torna-se uma grande vantagem.

Desta forma, a empresa *National Instruments* (NI) decidiu desenvolver um ambiente de programação gráfica baseada em diagramas de blocos e fluxo de dados que consistem, precisamente, nas ferramentas conceptuais com que os engenheiros e cientistas estão habituados a lidar no seu dia-a-dia.

Atualmente constitui uma referência na sua área de aplicabilidade, sobretudo pela inserção de uma grande variedade de aplicabilidades no mercado, deixando de ser um ambiente de desenvolvimento exclusivamente dedicado aos sistemas de instrumentação para se tornar num poderoso ambiente de aplicações finais para uma diversidade enorme de profissionais.

2.7.2.1. Ambiente de Programação

Os programas desenvolvidos em *LabVIEW* são denominados por instrumentos virtuais (em inglês *Virtual Instruments – VI*), pois, por diversas vezes, são similares em aparência e modo de operação aos instrumentos físicos, como osciloscópios e multímetros. Este *software* de programação contém um conjunto abrangente de ferramentas capaz de resolver qualquer problema, através de fluxo de dados, sem ter de se recorrer à indesejada programação textual (Figura 2.13) (NI, 2014).

Em baixo, na Figura 2.13, podemos visualizar os dois tipos de programação mencionados (textual e através de fluxo de dados).

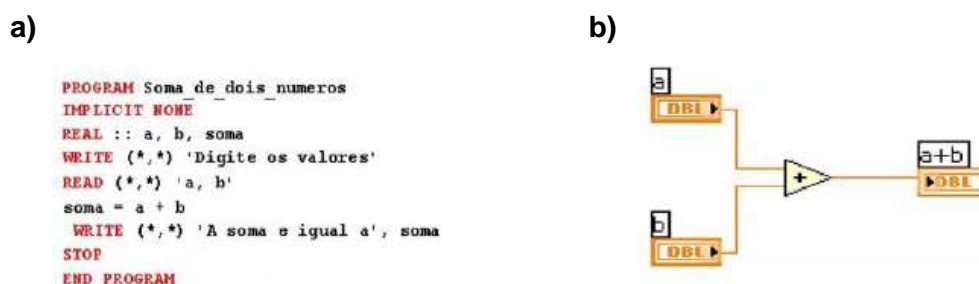


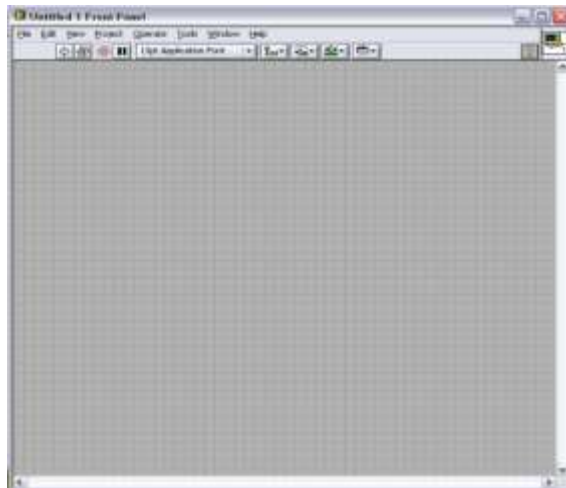
Figura 2.13 - Programação: a) textual; b) através de fluxo de dados.
(Nunes, 2013)

Cada VI utiliza funções que manipulam as entradas, provenientes da interface do utilizador ou de outras fontes, exibindo essa informação ou enviando-a para outro ficheiro ou, mesmo, outro computador. Como constituição destes programas, podemos destacar três componentes: painel frontal, diagrama de blocos e conector de blocos. Este último relaciona-se com o tipo de programação a realizar, designada por programação de fluxo de dados *Dataflow*.

O painel frontal (Figura 2.14 A) é, geralmente, por onde se começa a elaboração do VI, introduzindo todas as entradas e saídas, e só depois indicamos qual a relação entre elas no diagrama de blocos. O seu desenvolvimento é feito através do menu dos controlos (Figura 2.14 B) (NI, 2014).

Na Figura 2.14 é ilustrado o painel frontal e o respetivo menu de controlos.

a)



b)

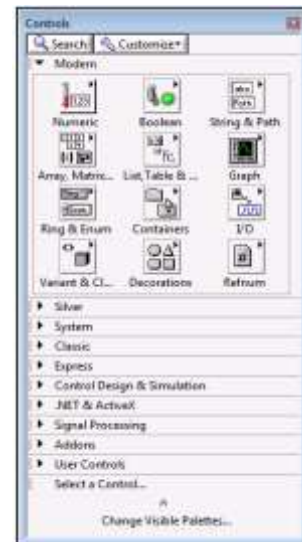


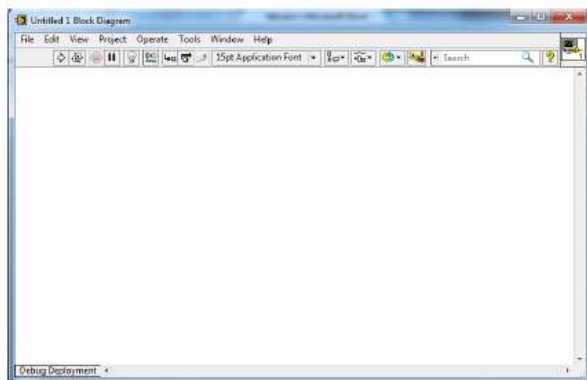
Figura 2.14 - a: Painel frontal; b: Menu de controlos.

Este menu é constituído por controlos e indicadores que são os terminais interativos de entradas e saídas do VI. Os controlos são dispositivos de entrada, como botões, movimentos, teclas entre outros. Já os indicadores são os dispositivos de saída, extraindo informação importante do processo. Entre as suas várias opções, podemos destacar os gráficos, os *LED* ou indicadores numéricos (NI, 2013).

As entradas e saídas introduzidas no painel frontal são representadas como terminais no diagrama de blocos (Figura 2.15 A). É nesta zona que se desenvolve a interligação entre os *inputs* e *outputs*, consoante o objetivo pretendido, definindo o código de funcionamento do VI, em linguagem gráfica, recorrendo ao menu de funções (Figura 2.15 B) (NI, 2013).

Na Figura 2.15 é apresentado o diagrama de blocos e o respetivo menu de funções.

a)



b)



Figura 2.15 - a: Diagrama de blocos; b: Menu de funções.

Entre os objetos do diagrama de blocos podemos destacar os terminais, subVI's, funções, constantes, estruturas e fios, que transferem dados entre os vários blocos.

2.7.3. Sistema de Alinhamento Automático

Idealizado com o objetivo de ter mais capacidades que o olho humano, o sistema de visionamento de imagem desenvolvido no CENAM permite a aquisição e processamento de imagens da zona do menisco, possibilitando assim a automatização do sistema e, consequentemente, a diminuição das incertezas associadas ao método de Cuckow, através da diminuição do erro associado ao alinhamento do menisco com a superfície do líquido de referência (Peña *et. al*, 2007).

Após adquirida a imagem da zona do menisco, que deverá conter a marca do hidrómetro que se pretende calibrar (L), a marca exatamente abaixo desta (A) e a reflexão de A na superfície livre do líquido (A'), e realizado um processamento de imagem para que seja retirada informação relevante.

As marcas de escala referidas (L , A e A') são ilustrados na Figura 2.16.

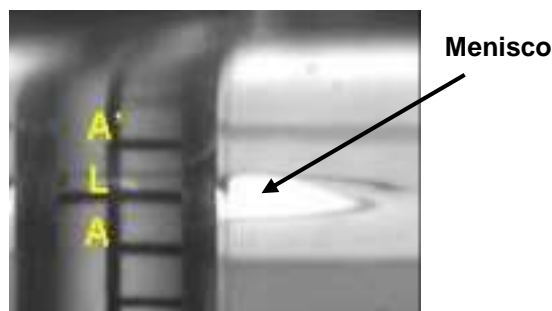


Figura 2.16 - Representação esquemática das marcas de escala A , L e da imagem virtual A' . Adaptado de (Peña *et. al*, 2007).

O método diz que é possível saber se o referido ponto de indicação de escala se encontra alinhado com a superfície livre do líquido com a determinação as distâncias entre A e L (d_1) e entre L e A' (d_2). Teoricamente bastaria que estas distâncias fossem iguais para que o alinhamento estivesse concluído, não fosse o posicionamento da câmara, que faz um ângulo θ com a horizontal. Para uma boa aquisição de imagem, a lente da câmara não pode estar paralela ao chão, pois, desta forma, seria bastante complicado a aquisição das três marcações de escala numa só imagem (Peña, *et. al*, 2007).

Desta forma, é necessário que seja feita uma correção devido a este posicionamento. Assim, os dois parâmetros referidos anteriormente encontram-se alinhados quando a relação entre d_1 e d_2 (K) (Equação 2.16) for igual a um valor calculado teoricamente (K') (Equação 2.17). Este valor teórico depende do ângulo θ (Equação 2.17), da distância medida na horizontal da lente da câmara á haste do hidrómetro (X_T), da divisão de escala (y_1), da distância entre a lente da camera e a superfície livre do líquido medida na vertical (y_1) e de β , α e x_1 , que são determinados, respetivamente pelas Equações 2.19, 2.20 e 2.21 (Figura 2.17) (Peña, *et. al*, 2007).

$$K = \frac{d_2}{d_1}$$

Equação 2.16

$$K' = \frac{1}{\frac{(\sin \beta) \cdot \sqrt{x_1^2 + y_1^2}}{\sin \alpha \cdot x_1} - 1}$$

Equação 2.17

$$\theta = \tan^{-1}\left(\frac{y_1}{x_1}\right)$$

Equação 2.18

$$\beta = 180^\circ - \alpha - \theta$$

Equação 2.19

$$\alpha = \tan^{-1}\left(\frac{y_2}{x_t}\right)$$

Equação 2.20

$$x_1 = \frac{x_T}{\frac{y_2}{y_1} + 1}$$

Equação 2.21

As variáveis mencionadas me cia são ilustradas na Figura 2.17.

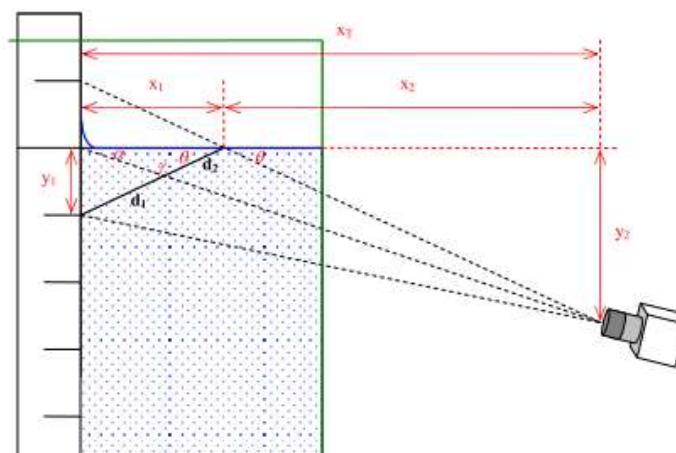


Figura 2.17 - Obtenção do valor de K . Adaptado de (Peña, et. al, 2007)

2.8. ESTIMATIVA DA INCERTEZA

Sempre que é realizada uma medição existem erros associados ao valor medido. O valor obtido nessa medição é uma aproximação ao valor real. Deste modo, é importante e obrigatório que com esse resultado seja também apresentada uma indicação quantitativa e qualitativa do erro associado, para que, em posteriores utilizações, os utilizadores tenham conhecimento da fiabilidade e credibilidade destes resultados.

A expressão de um resultado de medição só está completa quando contém o valor atribuído à mensuranda (grandeza que se pretende medir, segundo o VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia) e a incerteza de medição associada a esse valor (EURACHEM/CITAC, 2012).

O erro de medição é, então, definido como a diferença entre o valor medido e o valor real, como descrito na Equação 2.22:

$$\varepsilon = VM - VR$$

Equação 2.22

Em que,

ε – Erro de medição;

VM – Valor medido;

VR – Valor real

Na Figura 2.18 é apresentado uma ilustração do ε , para uma melhor perceção.

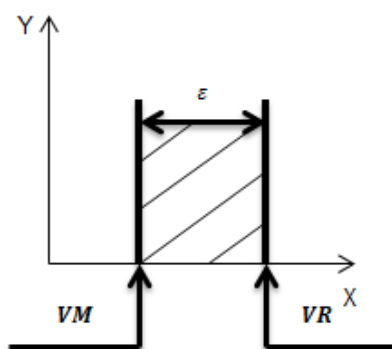


Figura 2.18 - Incerteza no resultado de medição

O conceito de erro de medição pode ser utilizado:

- Quando existe um único valor de referência, o que ocorre se uma calibração for realizada por meio de um padrão com um valor medido cuja incerteza de medição é desprezável, ou se um valor convencional for fornecido; neste caso o erro de medição é determinável;
- Caso se suponha que a mensurada é representada por um único valor verdadeiro ou um conjunto de valores verdadeiros de amplitude desprezável; neste caso o erro de medição é desconhecido;

Podemos ainda acrescentar que este resulta do somatório de outros dois erros (JCGM:200, 2012):

- Erro sistemático - Componente do erro de medição que, em medições repetidas, permanece constante ou varia de maneira previsível. Um valor verdadeiro ou um valor medido dum padrão com incerteza desprezável, ou um valor convencional, são valores de referência para este tipo de erro;
- Erro aleatório – Componente do erro que, em medições repetidas, varia de maneira imprevisível. O seu valor de referência é a média que resultaria de um número infinito de medições repetidas da mesma mensurada;

Para estimar a incerteza de medição segue-se, usualmente, o procedimento aconselhado pelo Guia para a Expressão de Incertezas de Medição nos Laboratórios de Calibração (GUM). Este guia estabelece os princípios e os requisitos de avaliação de incerteza de medição na calibração e o modo de a expressar nos respetivos certificados.

De forma a obter uma correta avaliação e estimativa da incerteza, este guia descreve o seguinte procedimento (JCGM:100, 2008):

- Expressar em termos matemáticos a dependência da mensurada Y em relação às grandezas de entrada x_i ;
- Listar todas as componentes da incerteza;
- Avaliar o tipo de incerteza (A ou B);
- Calcular a incerteza-padrão para cada componente da incerteza;
- Calcular os respetivos coeficientes de sensibilidade;
- Avaliar a necessidade de cálculo das covariâncias;
- Calcular a incerteza combinada;
- Calcular o fator de expansão k ;
- Determinar incerteza expandida;

2.8.1. Conceitos Básicos

A) Incerteza de Medição

A incerteza de medição é o parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos à mensuranda. Pode ser também considerada como o grau de confiança associado à medição da mensuranda, i.e., quando menor a incerteza, mais credibilidade científica tem o valor medido.

A incerteza de medição associada às estimativas das grandezas de entrada, pode ser agrupada em duas grandes categorias, considerando a forma como o seu valor é estimado (JCGM:100, 2008):

- Tipo A – método de avaliação referente à análise estatística de séries de observações;
- Tipo B – método de avaliação de incerteza por outros meios que não os da análise estatística;

Esta distinção de tipos de incerteza verifica-se apenas para demonstrar que existem duas formas de cálculo, mas na realidade, ambas são apoiadas em distribuições de probabilidade.

Como exemplo de fatores que originam incerteza, temos (JCGM:200, 2008):

- Realização incompleta ou imperfeita da definição de mensuranda;
- Conhecimento inadequado dos efeitos das condições ambientais na medição, podendo também estes ser medidos incorretamente;
- Instrumentos com resolução limitada ou que, quando analógicos, podem levar a uma tendência na leitura do observador;
- Valores não exatos de padrões de medição e materiais de referência, bem como de constantes e outros parâmetros obtidos por fontes externas;
- Aproximações e suposições incluídas no método e procedimento de medição;
- Variações em observações repetidas da mensuranda sob condições aparentemente idênticas.

B) Medição

O objetivo de uma medição é determinar o valor da mensuranda, isto é, o valor de uma determinada quantidade a ser medida. Uma medição com uma indicação específica da mensuranda, o método de medição e o seu procedimento. Regra geral, o resultado de medição é apenas uma aproximação ou uma estimativa do valor real, devendo ser acompanhado do valor da incerteza determinada. Este valor deve ser completamente definido com a precisão necessária, visto que para fins práticos o seu valor deve ser único e inequívoco.

Em variados casos, o resultado de medição determinado é baseado numa série de observações obtidas em condições de repetibilidade. A escolha do modelo matemático que transforma o conjunto de observações no resultado de medição é de extrema importância, visto que, para além das observações, geralmente inclui grandezas influenciáveis que não são completamente conhecidas. As incertezas associadas ao próprio modelo matemático também devem contribuir para o valor da incerteza (JCGM:200, 2012).

C) Erros, Efeitos e Correções

Geralmente, uma medição apresenta imperfeições que resultam num aumento do desvio entre o seu valor medido e o valor real. Este desvio, denominado por erro, é resultante de dois componentes, uma componente aleatória e outra sistemática.

A componente aleatória provém de variações imprevisíveis, temporais ou espaciais, das grandezas de influência, dando origem a variações em observações repetidas da mensuranda. Apesar de não ser possível compensar o erro aleatório, este pode ser reduzido aumentando o número de observações.

A componente sistemática, tal como no caso da aleatória, não podem ser eliminados, mas podem ser minimizados. Se um erro sistemático surgir de um efeito conhecido de uma quantidade influenciável no resultado de medição, o efeito pode ser quantificado e, caso seja necessária, pode ser aplicado um fator corretivo de forma a reduzi-lo. Após a aplicação deste fator corretivo, o erro proveniente de efeitos sistemático espera-se que seja nulo.

No resultado final de uma medição, devem ser feitos ajustes e correções para que o erro resultante seja apenas de origem aleatória. O erro sistemático, através da aplicação de um fator, deverá atingir o valor zero (JCGM:200, 2012).

2.8.2. Medição

As mensurandas são as grandezas submetidas à medição. Na calibração, em regra, lida-se com uma única mensuranda ou grandeza de saída Y , que, dependendo de um certo número de grandezas de entrada X_i ($i = 1, 2, \dots, N$), de acordo com a relação funcional:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

Equação 2.23

A função f é responsável por modelar o procedimento de medição e método de avaliação, descrevendo como os valores de grandeza de saída Y são obtidos a partir dos valores de entrada X . Será, geralmente, apresentada na forma de uma função analítica, mas também pode ser um conjunto dessas expressões que incluam correções e fatores de correção para efeitos sistemáticos, levando assim a uma relação mais complicada entre entradas e saídas. Por outro lado, f pode ser ainda determinada experimentalmente, existir apenas como um algoritmo informático que tem de ser avaliado numericamente, ou pode ser uma combinação de todas estas formas (JCGM:100, 2008).

O conjunto de grandezas de entrada X_i podem ser agrupadas em categorias, de acordo com o modo como foram determinados, o valor da grandeza e a incerteza associada. Desta forma, temos:

- As grandezas cuja estimativa e incerteza associadas são determinadas diretamente na medição. Estes valores podem ser obtidos, por exemplo de uma simples observação, de observações repetidas, ou de avaliação baseada na experiência. Podem envolver a determinação de correções às indicações de instrumentos, bem como as das grandezas de influência, como sejam a temperatura ambiente, a pressão atmosférica ou a humidade relativa;
- As grandezas cuja estimativa e incerteza associada são provenientes de origens externas à medição, tais como as grandezas associadas aos padrões de medição calibrados, aos materiais de referência certificados ou aos dados de referência obtidos de manuais.

Como foi referido anteriormente, as medições estão sujeitas a várias fontes de erro, sendo difícil a sua exata medição, tanto do seu valor como do valor da própria incerteza. Assim sendo, e por forma a criar algum facilitismo ao processo, uma estimativa da mensuranda Y , a estimativa da grandeza de saída, y , é obtida a partir da Equação 2.24 usando as estimativas das grandezas de entrada, x_i , para os valores das grandezas de entrada. Temos, então (JCGM:100, 2008):

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

Equação 2.24

Para as variáveis aleatórias, a variância da sua distribuição ou o seu desvio, são utilizados como medida da dispersão dos valores. A incerteza de medição padrão associada à estimativa da grandeza de saída ou ao resultado de medição y , designado por $u(y)$, é o desvio padrão da mensuranda Y . Este valor tem de ser determinado a partir das estimativas das grandezas de entrada, x_i , e das suas incertezas padrão associadas, $u(x_i)$. Em alguns casos, a incerteza de medição padrão relativa pode ser mais apropriada e consiste na incerteza padrão associada a uma estimativa dividida pelo módulo desta estimativa e, portanto, adimensional. Este conceito não pode ser utilizado se o estimador for zero.

2.8.3. Estimativas das Grandezas de Entrada

Como já foi referido anteriormente, a incerteza de medição associada às estimativas das grandezas de entrada é validada de acordo com o método de avaliação do Tipo A ou Tipo B. Estas categorias são baseadas em distribuições probabilísticas.

De forma geral, podemos definir a avaliação do Tipo A da incerteza padrão como sendo a avaliação da incerteza pela análise estatística de séries de observações. Já a avaliação do Tipo B é baseada noutros meios que não os da análise estatística de séries de observações. Neste caso a estimativa da incerteza padrão é caracterizada por desvios padrão avaliados através de funções de densidade de probabilidade baseadas na experiência ou noutras informações (JCGM:100, 2008).

2.8.3.1. Avaliação do Tipo A da Incerteza Padrão

A avaliação de Tipo A da incerteza padrão pode ser aplicada quando várias observações independentes tenham sido efetuadas para uma das grandezas de entrada X_i , nas mesmas condições de medição. Se o processo de medição tiver resolução suficiente, haverá uma dispersão (ou difusão) dos valores obtidos.

Para melhor compreensão do método de determinação de incertezas, apresenta-se como exemplo a grandeza Q , correspondente à grandeza de entrada X_i repetidamente medida. Quando n observações ($n > 1$) são estatisticamente independentes, considera-se $Q = \bar{q}$, em que \bar{q} é a média aritmética dos resultados das várias observações individuais $q_j (j = 1, 2, \dots, n)$ (Equação 2.25) (JCGM:100, 2008).

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j$$

Equação 2.25

Uma estimativa da variância correspondente à distribuição probabilística apresentada denomina-se por variância experimental (Equação 2.26):

$$s^2(q) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2$$

Equação 2.26

A raiz quadrada da variância experimental, $s(q)$, é denominado como o desvio-padrão experimental, que estima a variância correspondente da distribuição de probabilidades, caracterizando a dispersão do valor da média de grandeza de entrada \bar{q} :

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2}$$

Equação 2.27

A incerteza padrão $u(\bar{q})$ da estimativa da grandeza de entrada \bar{q} é o desvio-padrão experimental da média como apresentado na Equação 2.28:

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) \quad \text{Equação 2.28}$$

2.8.3.2. Avaliação do Tipo B de Incerteza Padrão

Para uma estimativa x_i de uma grandeza de entrada X_i que não tenha sido obtida a partir de repetibilidade de observações, a incerteza padrão associada, $u(x_i)$, é avaliada por apreciação científica baseada em toda a informação disponível sobre a variabilidade possível de X_i . A esta categoria pertencem valores provenientes de (JCGM:100, 2008):

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
- Especificações de fabricantes;
- Dados provenientes de calibração e outros certificados;
- Incertezas atribuídas a dados de referência provenientes de manuais.

O uso adequado da informação disponível para uma avaliação do Tipo B da incerteza padrão exige experiência e conhecimento específico, podendo ser adquirida com a prática. É importante referenciar que uma avaliação deste tipo pode ser tão fiável como uma avaliação do tipo A, especialmente numa avaliação baseada num número comparativamente pequeno de observações. Apenas temos de ter em conta que, consoante a informação sobre a variabilidade desta grandeza, devem ser adotadas distribuições probabilísticas concordantes. Assim sendo (JCGM:100, 2008):

A) Distribuição Normal

No caso de o valor estimado, x_i , for obtido a partir de especificações do fabricante, certificados de calibração, manuais, ou outras fontes e a sua incerteza for considerada um múltiplo de um desvio-padrão, a incerteza padrão é, simplesmente o valor referido dividido pelo fator de expansão k , correspondente ao nível de confiança, normalmente fornecido em percentagem e obtido através de uma distribuição normal. A expressão que determina a incerteza padrão é, então (JCGM:100, 2008):

$$u(x_i) = \frac{a}{k}$$

Equação 2.29

Em que,

a – Valor da incerteza apresentada;

k – Fator de expansão;

Na Figura 2.19 é apresentado um gráfico da distribuição normal:

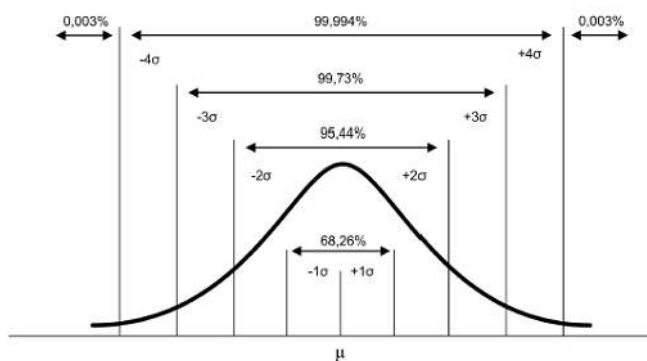


Figura 2.19 - Distribuição normal

B) Distribuição Retangular

Em certos casos é possível apenas determinar os limites superior e inferior da grandeza X_i , sendo a probabilidade do valor de X_i estar entre o intervalo a_- até a_+ , considerando todos os efeitos práticos, igual a 1, e fora desse intervalo igual a 0. Portanto, podemos afirmar que a distribuição retangular deve ser aplicada quando não são conhecidos valores da incerteza, apenas sabemos entre que intervalo se vai encontrar. A incerteza padrão associada é, então determinada através de:

$$u(x_i) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{12}} \quad \text{Equação 2.30}$$

No caso da diferença entre os extremos for $2a$, ou seja, se forem simétricos, a equação fica:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 2.31}$$

Graficamente, uma distribuição retangular pode ser expressa através do representado na Figura 2.20.

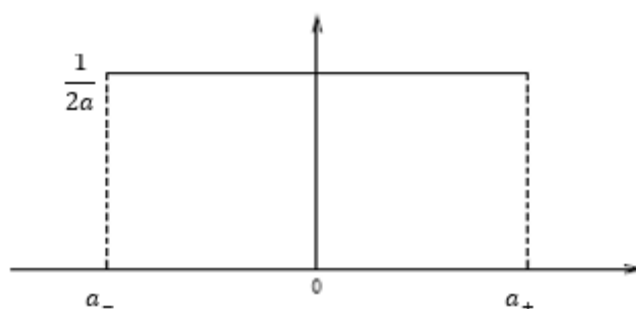


Figura 2.20 - Distribuição retangular

C) Distribuição Triangular

Referente ao caso anterior, quando se demonstra ser mais provável que o valor da incerteza padrão se encontre mais perto do valor central do que dos extremos, a distribuição retangular pode ser aproximada a uma distribuição triangular. Desta forma, a incerteza padrão é determinada através de:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 2.32}$$

Graficamente, podemos representar a distribuição triangular como ilustrado na Figura 2.21:

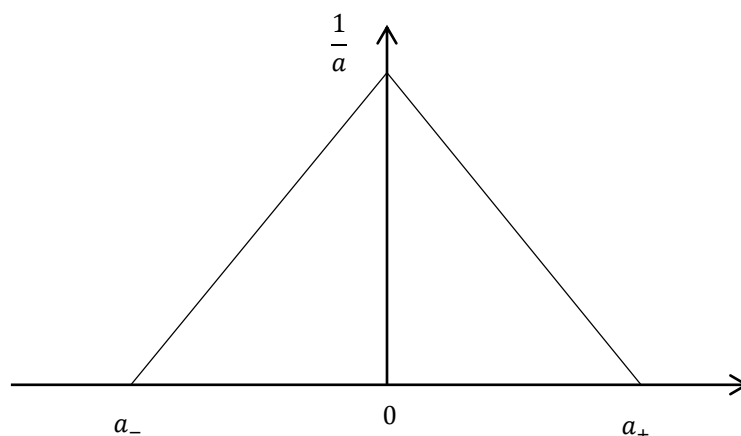


Figura 2.21 - Distribuição triangular

2.8.4. Cálculo da Incerteza Padrão da Estimativa da Grandeza de Saída

No caso de grandezas de entrada não correlacionadas entre si, o quadrado da incerteza padrão da estimativa da grandeza de saída y é dado por:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad \text{Equação 2.33}$$

Podemos definir a grandeza $u_i(y)$ ($i = 1, 2, \dots, N$) como sendo a contribuição para a incerteza padrão associada à estimativa da grandeza de saída y . Este parâmetro é determinado através da equação 2.37 (JCGM:100, 2008).

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) \quad \text{Equação 2.34}$$

Em que,

c_i – Coeficiente de sensibilidade;

O coeficiente de sensibilidade descreve como a estimativa da grandeza de saída y é influenciada pelas variações de cada uma das estimativas das grandezas de entrada x_i . Este coeficiente pode ser calculado através da Equação 2.35:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Equação 2.35}$$

No caso de duas grandezas de entrada, X_i e X_k , estarem correlacionadas, ou seja, serem dependentes entre si, a covariância associada às estimativas x_i e x_k deve ser considerada como uma contribuição adicional para a incerteza. A lei da propagação de incerteza para estes casos é dada pela Equação 2.36:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{1}{2} c_{ij}^2 + c_{ij} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad \text{Equação 2.36}$$

De ter em consideração que, caso estas correlações não sejam mencionadas, pode levar a uma incorreta avaliação da incerteza padrão da mensuranda.

Nalguns casos podemos considerar a covariância, associada as duas grandezas de entrada, nula ou insignificante. Isto acontece quando (JCGM:100, 2008):

- As grandezas X_i e X_k forem independentes;
- Tanto as grandezas X_k como X_i possam ser consideradas constantes;
- Há insuficiente informação para avaliar a covariância associada entre as grandezas de entrada X_k e X_i .

2.8.5. Incerteza de Medição Expandida

A incerteza de medição expandida, U , é determinada através da multiplicação da incerteza padrão da estimativa da grandeza de saída, $u(y)$, por um factor de expansão k , como expresso na Equação 2.37:

$$U = k \cdot u(y) \quad \text{Equação 2.37}$$

Em que,

U – Incerteza de medição expandida;

Para a determinação do fator de expansão k , o procedimento a seguir é (JCGM:100, 2008):

- Obter a incerteza padrão da estimativa da grandeza de saída, seguindo os passos explicados no início do subcapítulo 2.8;
- Estimar o número de graus de liberdade efetivos, v_{ef} , da incerteza padrão da estimativa da grandeza de saída y ;

O número de graus de liberdade efetivos, v_{ef} , deve ser determinado pela fórmula de *Welch-Satterthwait*, descrita na Equação 2.38:

$$v_{ef} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad \text{Equação 2.38}$$

Onde,

$u_i(y)$ – Contribuições para a incerteza padrão da estimativa de saída y ;

v_i – Número de graus de liberdade efetivos do componente da incerteza padrão;

De seguida será obtido o valor de k , recorrendo à Tabela 2.3. Esta tabela está baseada numa distribuição *t-Student* avaliada para uma probabilidade de 95,45%.

Na Tabela 2.3 encontram-se representados os fatores de expansão k para diferentes números de graus de liberdade efetivos.

Tabela 2.3 - Fatores de expansão k para diferentes números de graus de liberdade efetivos

v_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

De ter em conta que no caso do número de graus de liberdade efetivos não for inteiro, deverá escolher-se o inteiro imediatamente inferior.

Dado isto, estão encontradas condições de apresentar o resultado de uma medição na forma:

$$Y = y \pm U$$

Equação 2.39

Deste modo garantir-se-á que esta será a melhor estimativa para o resultado dessa medição, em que esse valor está compreendido entre $y - U$ e $y + U$ (JCGM:100, 2008).

3. EQUIPAMENTOS E MÉTODOS

3.1. INTRODUÇÃO

No presente capítulo serão descritas as metodologias utilizadas no presente trabalho. Deste modo serão descritos, detalhadamente, os procedimentos e a instrumentação utilizados, pelo LPL/IPQ, no método de Cuckow utilizado para a calibração de hidrómetros. Será, ainda, referenciado o novo sistema de alinhamento automático, e os estudos efetuados com vista à sua implementação e validação.

3.2. MÉTODO DE CUCKOW

3.2.1. Sistema de Medição

O sistema de calibração de hidrómetros, pelo método de Cuckow, do Laboratório de Hidrometria do LPL/IPQ é composto por vários instrumentos de medição, equipamentos, acessórios de pesagem e por uma coluna de borosilicato contendo aproximadamente 5 L de líquido de referência (Figura 3.1).

A balança analítica com dispositivo de pesagem hidrostática para pesagem dos hidrómetros no ar e no líquido de referência (1 da Figura 3.1), o termómetro de dilatação de mercúrio para medição da temperatura do líquido de referência (7 da Figura 3.1), o termo higrómetro barómetro para a medição das condições ambientais, i.e. temperatura, humidade relativa e pressão atmosférica (6 da Figura 3.1), e o paquímetro digital para a medição do diâmetro da haste e a distância entre divisões de escala dos hidrómetros a calibrar, constituem o conjunto de instrumentos de medição necessários para a execução do método de calibração de hidrómetros pelo método de Cuckow (Tabela 3.1).

Na Figura 3.1 apresenta-se o sistema de calibração de hidrómetros pelo método de Cuckow do LPL/IPQ.



- 1- Balança analítica;
- 2- Banho termorregulado;
- 3- Coluna de borosilicato contendo o líquido de referência;
- 4- Mecanismo para pequenos ajustes;
- 5- Mecanismo para grandes ajustes;
- 6- Termo higrómetro barómetro;
- 7- Termómetro para temperatura do líquido de referência;
- 8- Gancho metálico;
- 9- Mostrador da balança analítica.

Figura 3.1 - Sistema de calibração de hidrómetros pelo método de Cuckow do LPL/IPQ.

Na Tabela 3.1 é apresentado um resumo das características dos instrumentos de medição utilizados.

Tabela 3.1 - Resumo das características dos instrumentos de medição utilizados no método de Cuckow do LPL/IPQ.

Instrumentos de Medição	Mensuranda	Características dos Instrumentos de Medição		
		Marca/Modelo	Intervalo de medição	Resolução
Termómetro de vidro de dilatação de mercúrio	Temperatura do líquido de referência	Precision/ -	(15 a 25) °C	0,01°C
Termo higrómetro Barómetro	Temperatura do ar Pressão atmosférica Humidade relativa do ar	VAISALA / PTU300	(15 a 25) °C (800 a 1150) mbar (0 a 97)%	0,01°C 0,01 mbar 0,01 %
Paquímetro digital	Diâmetro da haste Distância entre divisões de escala do hidrómetro	Mitutoyo/-	0 – 200 mm	0,05 mm
Balança analítica com dispositivo de pesagem hidrostática	Massa do hidrómetro no ar e no líquido de referência	Mettler / AT400	(0 a 400) g	0,1 mg

Para além dos instrumentos de medição são ainda necessários para a execução do método, dois banhos conectados para a realização dos ensaios: um banho termorregulado de 70 L ($t_{amb} + 5^{\circ}\text{C}$ a 230°C) com janela (2 da Figura 3.1) e um banho de arrefecimento de 7,5 L (-15°C a 100°C) e um cronómetro digital para contagem de tempos de estabilização. Por último são ainda necessários acessórios de pesagem (cremalheiras; tiras de pele sintética; adaptadores metálicos com vários diâmetros; ganchos metálicos (8 da Figura 3.1)); um cilindro de vidro utilizado para pequenos ajustes da altura do líquido de referência (4 da Figura 3.1) e uma lupa de ampliação utilizada como auxiliar para visualização da intersecção da escala do hidrómetro com a superfície do líquido de referência.

O líquido de referência utilizado no presente método é o n-nonano. A sua massa volúmica a 20°C e o seu coeficiente de temperatura no intervalo de $[17; 23]^{\circ}\text{C}$ foram determinados por densimetria de tubo vibrante de acordo com procedimento técnico do LPL/IPQ (Furtado *et al.*, 2014b) (Tabela 3.2). O valor de tensão superficial do n-nonano foi também determinado a 20°C de acordo com procedimento técnico do LPL/IPQ (Furtado *et al.*, 2014b) (Tabela 3.2).

Na Tabela 3.2 encontram-se algumas propriedades físicas do líquido de referência utilizado pelo LPL/IPQ no método de Cuckow.

Tabela 3.2 - Propriedades físicas do líquido de referência utilizado pelo LPL/IPQ no método de Cuckow.

Líquido de referência	$\rho_{L20^{\circ}C} \pm U$ (kg/m ³)	$\alpha_{L(17-23)^{\circ}C} \pm U$ (kg/m ³ .°C)	$\gamma_{L20^{\circ}C} \pm U$ (mN/m)
N-Nonano	717,821 \pm 0,015	0,777 \pm 0,015	22,87 \pm 0,05

3.2.2. Procedimento de Calibração

O procedimento de calibração que a seguir se descreve é válido para o seguinte intervalo de condições ambientais: $t_{amb} = (17 \text{ a } 23)^{\circ}C$; $HR = (25 \text{ a } 80) \%$; $p = (980 \text{ a } 1020)hPa$. (Furtado *et al.*, 2014)

3.2.2.1. Medição do Diâmetro e da Distância ente Divisões de Escala

Após limpeza e inspeção visual do hidrómetro procede-se à medição do diâmetro da sua haste e da distância entre divisões de escala com um paquímetro digital (Tabela 3.1).

3.2.2.2. Determinação da Massa do Hidrómetro

O primeiro passo do método de Cuckow depreende a determinação da massa aparente do hidrómetro a calibrar. Deste modo, o hidrómetro é suspenso no dispositivo de pesagem hidrostática da balança com o auxílio do conjunto de pesagem (cremalheira, adaptador e tira de pele sintética). Após estabilização o valor de massa do hidrómetro é registada assim como as condições ambientais (t_{amb} , h_r e p). No início do ensaio é feita a tara do conjunto de pesagem.

3.2.2.3. Pesagem do Hidrómetro no Líquido de Referência

O segundo passo do método de Cuckow consiste na determinação da massa aparente do hidrómetro quando imerso no líquido de referência, no ponto de escala que se pretende calibrar. Deste modo, o densímetro é de novo suspenso na balança com o auxílio do conjunto de pesagem sendo submerso no líquido de referência através de reposicionamento da cremalheira até próximo do ponto da escala desejado. Após estabilização térmica é feito o alinhamento do traço da escala com a superfície do líquido através da imersão de um cilindro de vidro dentro do líquido. Nesta fase é utilizada uma lupa de ampliação para melhor percepção do alinhamento. Dependendo da tipologia e utilização do hidrómetro, a leitura deve ser feita por cima ou por baixo. Após o tempo de estabilização o valor de massa, das condições ambientais (t_{amb} , h_r e p) e da temperatura do líquido de referência são registados.

3.2.3. Balanço de Incertezas

3.2.3.1. Estimativa da Incerteza Combinada

No processo de determinação das incertezas associadas ao método de Cuckow, inicialmente é necessário identificar as grandezas de entrada e a mensuranda, através da relação funcional expressa na Equação 2.24.

Assim, tendo como base a Equação 2.13, vem:

$$\rho_x = f(\rho_L(T_0), \rho_a(p, h_r, t_{amb}), \rho_s, M_a, M_L, \gamma_x, \gamma_L, D_{hidrómetro}, T_{ref.hidrómet}) \quad \text{Equação 3.1}$$

Realizado o levantamento das fontes de incerteza associadas ao processo é possível determinar $u_c(\rho_x)$. (equação 2.36).

$$u_c^2(\rho_x) = u_c^2(\rho_L(T_0))c_{\rho_L(T_0)}^2 + u_c^2(\rho_a)c_{\rho_a}^2 + u_c^2(M_a)c_{M_a}^2 + u_c^2(M_L)c_{M_L}^2 + u_c^2(\gamma_L)c_{\gamma_L}^2 + u_c^2(\beta)c_{\beta}^2 + u_c^2(D_{hidr.})c_{D_{hidr.}}^2 + u_c^2(T_{ref.hidr.})c_{T_{ref.hidr.}}^2 + u_c^2(T_3)c_{T_3}^2 \quad \text{Equação 3.3}$$

Para a estimativa da incerteza combinada, foram consideradas as seguintes contribuições:

- A incerteza padrão devida ao acerto do menisco pelo operador ($u_{leitura}$) (Equação 3.3) está relacionada com a distância mínima que o operador consegue distinguir no acerto do menisco (0,05 cm), com a resolução do hidrómetro e ainda com a distância entre divisões de escala (em cm), de acordo com uma distribuição retangular.

$$u_{leitura} = \frac{Dist. Min. operador \times Resolução IM}{Dist. divis. escala \times \sqrt{3}} \quad \text{Equação 3.3}$$

- A incerteza de medição padrão da massa do hidrómetro no ar (u_{M_a}) (Equação 3.4) e no líquido de referência (u_{M_L}) (Equação 3.5) resultam do somatório de duas componentes. A primeira componente está associada à incerteza oriunda da calibração da balança, à incerteza da deriva e ainda a incerteza associada ao erro máximo. Esta primeira componente descreve uma distribuição normal e é denominada tolerância da balança. A segunda componente está relacionada com a dispersão dos valores obtidos durante a pesagem.

$$u_{M_a} = \sqrt{(tolerância\ balança)^2 + \left(\frac{\mu_{pesagens}}{\sqrt{n}}\right)^2} \quad \text{Equação 3.4}$$

$$u_{M_L} = \sqrt{(tolerância\ balança)^2 + \left(\frac{\mu_{pesagens}}{\sqrt{n}}\right)^2} \quad \text{Equação 3.5}$$

Onde $\mu_{pesagens}$ representa a média das pesagens efetuadas e n o número de pesagens.

- A incerteza padrão associada à temperatura do ar e do líquido de referência (u_t) é do Tipo B, e é considerada como o erro máximo admissível dos termómetros que resulta do somatório da incerteza associada à calibração da termómetros, à incerteza da deriva e ainda a incerteza associada ao erro máximo, descrevendo uma distribuição normal. O mesmo raciocínio foi aplicado para a estimativa da incerteza associada ao paquímetro (u_D), ao barómetro (u_p) e ao higrómetro (u_{hr}).

- A incerteza padrão do coeficiente de expansão do vidro do hidrómetro (u_β) descreve uma distribuição normal baseada na incerteza estabelecida para o valor de β de acordo com o descrito na norma ISO 649-1:1981.

- A incerteza padrão associada ao valor da tensão superficial do hidrómetro (u_{γ}) foi estabelecida como sendo 0,05 mN/m.
- A incerteza da massa volúmica das massas padrão (u_{ρ_s}) descreve uma distribuição normal baseada na incerteza da calibração das massas.
- A incerteza padrão da tensão superficial do líquido de referência (u_{γ}) descreve uma distribuição normal baseada na incerteza da determinação da tensão superficial do líquido de referência.
- A incerteza padrão da aceleração da gravidade (u_g) no laboratório descreve uma distribuição normal baseada na incerteza da determinação da mesma.
- A incerteza padrão do coeficiente de temperatura do líquido de referência (u_{α_L}) descreve uma distribuição normal baseada na incerteza da determinação deste parâmetro.
- A incerteza padrão da massa volúmica do líquido de referência à temperatura de referência, T_0 , ($u_{\rho_L(T_0)}$) descreve uma distribuição normal baseada incerteza da certificação da massa volúmica do n-nonano.
- A incerteza padrão associada à determinação da massa volúmica do ar (u_{ρ_a}) descreve uma distribuição normal e resulta da contribuição da incerteza ($U = 1,41 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$) devido à utilização da fórmula (2.15) e das incertezas padrão de determinação da temperatura (u_t), humidade relativa (u_{hr}) e pressão atmosférica (u_p), de acordo com a seguinte equação:

$$u_{\rho_a} = \sqrt{\left(\frac{1,36 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}}\right)^2 + (u_t)^2 \cdot \left(\frac{\delta \rho_a}{\delta t}\right)^2 + (u_{hr})^2 \cdot \left(\frac{\delta \rho_a}{\delta hr}\right)^2 + (u_p)^2 \cdot \left(\frac{\delta \rho_a}{\delta p}\right)^2} \quad \text{Equação 3.6}$$

Onde de acordo com o considerado na Equação 2.35, vem:

$$\frac{\delta \rho_a}{\delta t_{amb}} \approx -4 \times 10^{-3} K^{-1} \quad \text{Equação 3.7}$$

$$\frac{\delta \rho_a}{\delta hr} \approx -9 \times 10^{-3} \quad \text{Equação 3.8}$$

$$\frac{\delta \rho_a}{\delta p} \approx 1 \times 10^{-5} Pa^{-1} \quad \text{Equação 3.9}$$

3.2.3.2. Graus de Liberdade Efetivos

O número de graus de liberdade efetivos, v_{ef} , foi calculado de acordo com a fórmula de *Welch-Satherwaite* (Equação 2.38).

O número de graus de liberdade associado às componentes da incerteza com avaliação do Tipo A é dado por $\nu = n - 1$. Para as distribuições normais foram considerados 50 graus de liberdade.

3.2.3.3. Incerteza de Medição Expandida

Apresentados todos os componentes que provocam incerteza, o cálculo da incerteza combinada é feito através da Equação 3.2. Os coeficientes de sensibilidade foram determinados de acordo com a Equação 2.35 (Anexo I).

Através de v_{ef} , e recorrendo a Tabela 2.3, é possível calcular a incerteza associada ao resultados obtidos pelo método de Cuckow, através da Equação 2.37 ($U = k \cdot u(y)$), apresentando-os na forma da equação 2.38 ($Y = y \pm U$).

3.3. Validação da Folha de Cálculo

Para o cálculo do erro de indicação dos hidrómetros calibrados pelo método de Cuckow é utilizada uma folha de cálculo (Anexo 2), em Microsoft Excel®, onde através da introdução dos parâmetros experimentais e a partir das Equações 2.10-2.15 é possível determinar o valor real de massa volúmica referente ao ponto da escala em calibração. Contudo um dos requisitos da norma ISO 17025:2005 (ponto 5.4.7) requer uma validação apropriada das folhas de cálculo desenvolvidas para uso em processos de calibração. Deste modo, a validação da folha de cálculo foi efetuada através de cálculo manual com recurso a uma calculadora gráfica (Texas, 83-PLUS) por introdução dos dados apresentados na Tabela 3.3. Os resultados obtidos foram então comparados de modo a ser verificado o grau de concordância.

Tabela 3.3 - Dados utilizados para a validação da folha de cálculo utilizada pelo LPL/IPQ na calibração de hidrómetros.

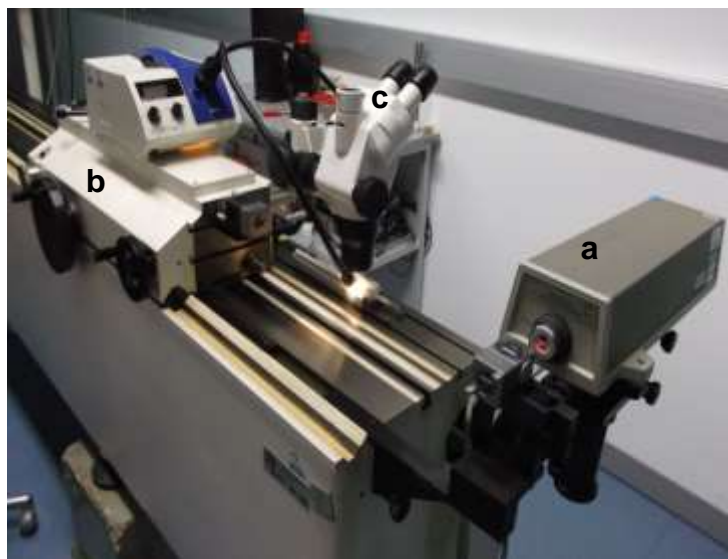
T_0		$20\text{ }^{\circ}\text{C}$
T_3		$21,63\text{ }^{\circ}\text{C}$
$T_{ref.hidrómetro}$		$15,56\text{ }^{\circ}\text{C}$
Massa do Hidrómetro	p	$1005,64\text{ mbar}$
	h_r	$59,5\text{ \%}$
	t_{amb}	$21,94\text{ }^{\circ}\text{C}$
	M_a	$46,571\text{ g}$
Massa do Hidrómetro no liq. de ref.	p	$1005,67\text{ mbar}$
	h_r	$58,7\text{ \%}$
	t_{amb}	$22,02\text{ }^{\circ}\text{C}$
	M_l	$7,2818\text{ g}$
$D_{Hidrómetro}$		$0,576\text{ cm}$
γ_L		$27,5\text{ mN/m}$
$\rho_L(T_0)$		$0,717821\text{ g/cm}^3$
α_L		$0,0007769499\text{ g/cm}^3$
β		$25 \times 10^{-6} \pm 2\text{ K}^{-1}$
g		$980,06671\text{ cm/s}^2$
γ_h		$22,87\text{ mN/m}$
ρ_s		$8 \pm 0,8\text{ g/cm}^3$

3.4. Validação da Medição Manual da Divisão de Escala

3.4.1. Valor de Referência

Com o objetivo de validar a medição manual da distância entre traços da divisão de escala dos densímetros procedeu-se a uma comparação entre os valores medidos através do paquímetro (*Mitutoyo*, -), instrumento usualmente utilizado pelo LPL, com os resultados obtidos através de um interferómetro laser (HP, 5518A) (Figura 3.2). Este aparelho é utilizado para efetuar a medição de distâncias e ângulos através da interferência de ondas eletromagnéticas que ocorre quando estas interagem entre si.

Na Figura 3.2 pode ser visualizado o interferómetro laser HP.



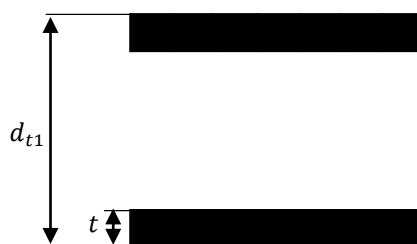
- a) Banco fixo;
- b) Banco móvel;
- c) Microscópio;

Figura 3.2 - Interferómetro laser HP, 5518A do LCO/IPQ.

Este sistema interferométrico permite a determinação de distâncias com elevada precisão, visto ter uma amplitude de medição de $\pm 36000''$ e resolução de $0,1''$.

O seu princípio de funcionamento relaciona-se com a distância percorrida por um laser desde o banco fixo (A) até um banco móvel (B), a que podemos chamar refletor. Através de um microscópio (C) é possível definir a origem e o ponto final da medição com grande exatidão.

De forma a aplicar esta técnica para a medição da distância entre divisões de escala de densímetros, começou por definir-se entre que distâncias seriam realizadas as medições, pois, embora à vista desarmada seja impercetível, mas cada traço de escala apresenta uma espessura que pode causar incerteza. Na Figura 3.3 é apresentado uma ilustração que identifica as distâncias medidas.



d_{t1} - Distância entre zonas exteriores de dois traços de escala consecutivos;

t – Espessura do traço de escala

Figura 3.3 – Representação da divisão de escala de um hidrómetro.

Nos ensaios experimentais foram utilizados 5 densímetros diferentes, de forma a obter uma amostra representativa do intervalo de distâncias entre divisões de escala usualmente medidas no laboratório (Anexo 3).

As distâncias obtidas por ambos os métodos foram analisadas de acordo com a análise do Erro Normalizado, E_n , considerando o valor medido pelo interferómetro, $V_{intre.}$, o valor de referência com a sua incerteza associada, $U_{intre.}$. Os valores obtidos pelo paquímetro, $V_{paq.}$, e a sua incerteza associada, $U_{paq.}$, serão considerados satisfatórios para valores de erro normalizado iguais ou inferiores a 1 (ISO/IEC 17043:2010).

$$E_n = \frac{|V_{paq.} - V_{inter.}|}{\sqrt{U_{(paq.)}^2 + U_{(inter.)}^2}}$$

Equação 3.10

3.5. SISTEMA DE ALINHAMENTO AUTOMÁTICO

Com o objetivo de reduzir as incertezas relacionadas com o erro humano no processo de calibração de hidrómetros procedeu-se à implementação de um sistema de alinhamento, de forma a automatizar o alinhamento entre o menisco do líquido de referência e o ponto do hidrómetro a calibrar.

3.5.1. Aquisição e Processamento de Imagem

Este sistema utiliza a aquisição e processamento de imagem como fonte de dados, de forma a retirar informação necessária para proceder ao alinhamento. Para a aquisição de imagem, é colocada uma camera no exterior do banho termostático, apontada na direção da superfície do líquido, formando um ângulo θ com a horizontal. Este posicionamento tornará possível a visualização de L , A e A' numa só imagem, sendo, desta forma possível a determinação de d_1 e d_2 .

Existe, então, a necessidade de acoplar ao sistema uma camera que adquira imagem. Foi escolhida para o desenvolvimento do projeto uma *SmartCamera* NI1722 (Figura 3.4 A), fazendo a ligação com o computador através de cabo de rede. Para tal foi construído um suporte metálico ajustável em altura, na horizontal e em inclinação, de modo a conseguir incorporá-la no atual sistema de medição (Figura 3.5 B).

A *SmartCamera* NI1722 e o respetivo suporte encontram-se ilustrados na Figura 3.4.

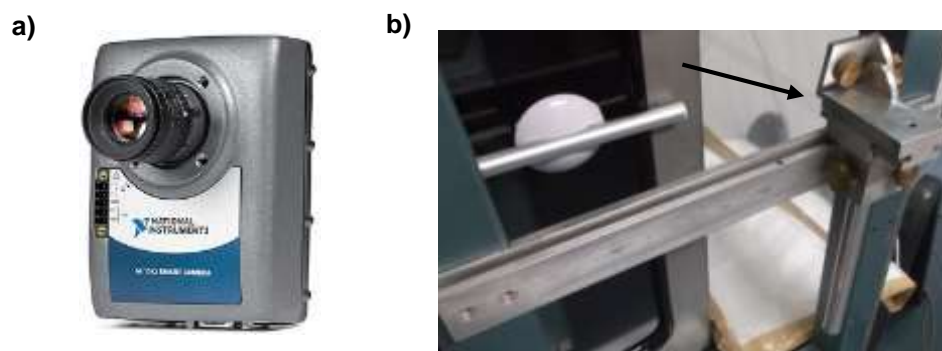


Figura 3.4 - *SmartCamera* NI1722 (a) e o seu suporte (b).

Após a aquisição da imagem $I_1(X, Y)$, existe a necessidade de efetuar o seu processamento. Este é feito, começando por ser executado um pré-processamento da mesma, de maneira a normalizar os tons de cinza da imagem de valores inteiros (0 – 255) para valores binários (0 – 1). Esta normalização é feita começando por admitir um valor limite entre 0 e 255 (T_s), sendo cada pixel representado pela cor branca ou preta, consoante o valor de T_s é menor ou maior que o seu valor inteiro (Equação 3.11), ficando assim com uma imagem normalizada $I_1'(X, Y)$. Segue-se uma inversão na imagem de modo a obter o seu negativo ($I_2(x, y)$) (Equação 3.12) (Lee *et al.*, 2004).

$$I'_1(x, y) = \begin{cases} 0, & I_1(x, y) < Ts \\ 1, & I_1(x, y) \geq Ts \end{cases} \quad \text{Equação 3.11}$$

$$I_2(x, y) = 1 - I'_1(x, y) \quad \text{Equação 3.12}$$

Esta imagem não é apenas constituída por elementos relevantes à resolução do problema, existem diversos elementos circundantes que em nada interessam para a determinação de d_1 e d_2 . Desta forma, tudo o que está contido na imagem além das duas marcações de escala e da reflexão de uma delas é informação a mais, existindo, por isso, a necessidade de selecionar uma região de interesse, vulgarmente conhecida pelo seu termo em inglês *Region Of Interest* (ROI), que contenha apenas L , A e A' .

Selecionado ROI, o próximo passo passa pela deteção das referidas marcas L , A e A' . Esta deteção relaciona-se com a Equação 3.11, pois, os pixéis que foram definidos pela cor preta através dessa equação referem-se às marcações de escala, sendo por isso identificados pelos vetores: p_1 referente a A , p_2 para L e p_3 para A' . Estão, agora, encontradas condições para determinar d_1 e d_2 (Equações 3.13 e 3.14).

$$d_1 = p_1 - p_2 \quad \text{Equação 3.13}$$

$$d_2 = p_3 - p_2 \quad \text{Equação 3.14}$$

3.5.2. Determinação de K'

Após retirada toda a informação pertinente da imagem e conhecidas as distâncias d_1 e d_2 , o próximo passo passa por comparar o quociente destas duas grandezas (Equação 2.16) com um valor K' determinado teoricamente (Equação 2.17). Para tal, é necessário conhecer de antemão o valor de K' , onde as grandezas X_T , y_1 e θ são fundamentais.

O valor de θ foi determinado experimentalmente, com o auxílio de uma suta (marca/modelo: *Mitutoyo/-*) (Figura 3.5) previamente calibrada pelo LCO. A distância X_T foi determinada com o auxílio de uma fita métrica. Já y_1 foi determinado através de um paquímetro digital (Tabela 3.1).

A suta utilizada encontra-se na Figura 3.5.



Figura 3.5 – Suta *Mitutoyo* do LCO/IPQ

Na Tabela 3.4 são apresentadas algumas características da suta utilizada.

Tabela 3.4 - Características metrológicas da suta *Mitutoyo* do LCO/IPQ

Marca/modelo	<i>Mitutoyo/-</i>
Intervalo de Medição	$0^\circ; 90^\circ; -0^\circ; -90^\circ$
Resolução do Dispositivo Afixador	5'
Lâmina	300 mm

3.5.3. Processo de Alinhamento

De acordo com o descrito por Peña *et. al.* (2007) através da comparação dos valores obtidos de K e K' será, possível determinar se o alinhamento foi efetuado corretamente. No caso de $K = K'$, podemos concluir que a marca de escala a calibrar e o menisco se encontram alinhados, estando, por isso, em condições de determinar o valor real de massa volúmica naquele ponto. No caso de $K \neq K'$, é necessário efetuar um ajuste entre eles.

Neste segundo caso o valor que vamos querer alterar é o de K , visto que K' é um valor determinado teoricamente e apenas se relaciona com o posicionamento da camera. Podemos, então, ter duas hipóteses: $K > 1$ ou $K < 1$. No caso de $K > 1$, significa de $d_2 > d_1$, ou seja, vamos ter de diminuir d_2 (uma vez que d_1 é uma distância inalterável, equivalente a y_1) e vice-versa.

Assim, deste modo, é necessário algum sistema automático que faça variar d_2 . Este sistema é constituído por um servomotor e respetivo *Power Line Communication* (PLC) (marca/ modelo: *Mitsubishi AC servo motor/ Melservo HC-MFS 13*) (Figura 3.6 A) que vai ser acoplado ao anterior sistema no lugar do mecanismo de pequenos ajustes, através de um suporte construído especialmente com esse intuito (Figura 3.6 B).

O servomotor *Mitsubishi AC servo motor, Melservo HC-MFS 13* e o respetivo suporte encontram-se ilustrados na Figura 3.4.

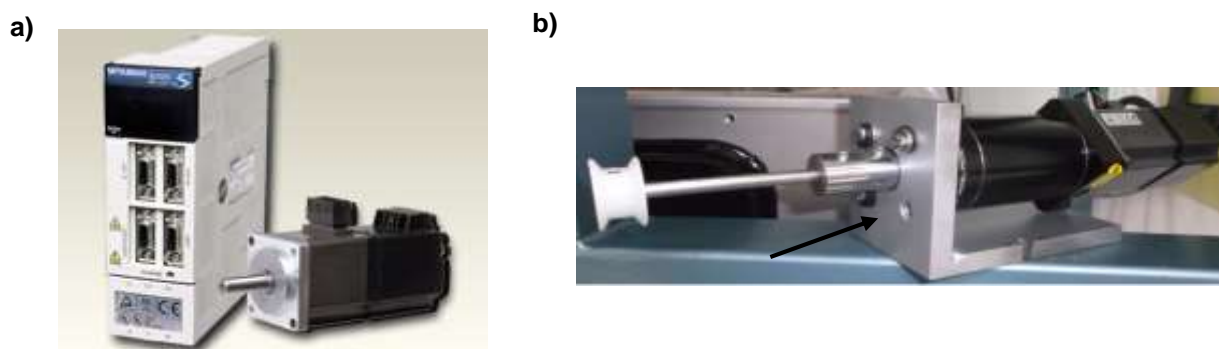


Figura 3.6 - Servomotor *Mitsubishi AC servo motor, Melservo HC-MFS 13* do LPL/IPQ (a) e o seu suporte (b)

Esta variação é realizada através do controlo do nível do líquido de referência. Um cilindro de vidro encontra-se preso ao servomotor, através de um fio de aço, o que fará variar o nível do líquido conforme a profundidade a que este cilindro se encontra. Esta variação do nível do líquido tem consequências no valor obtido de d_2 , o que fará com que o alinhamento seja concluído.

Desta forma, através deste modificado sistema de medição (Figura 3.7), é possível eliminar as incertezas provenientes do erro humano, conseguindo assim um valor de m_L com uma maior exatidão, o que, consequentemente, assegurará uma maior confiança nos resultados finais obtidos.

Tal como a Figura 3.1, na Figura 3.7 é apresentado o sistema de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ, agora com os novos equipamentos acoplados.

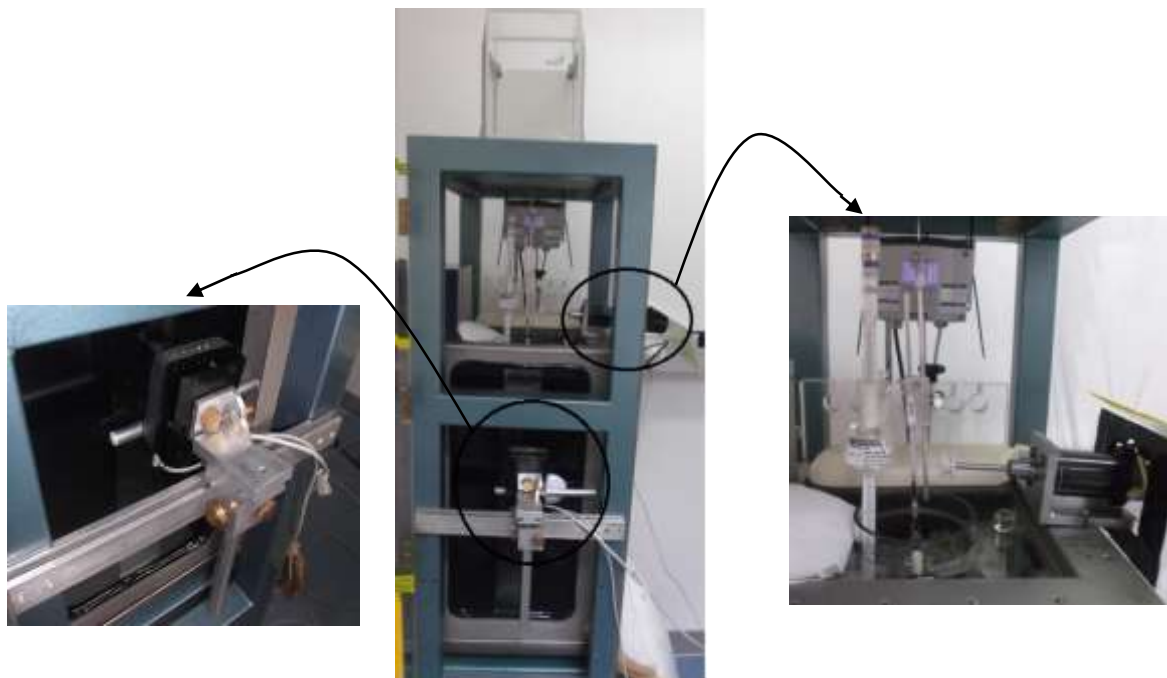


Figura 3.7 - Sistema de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ com os novos equipamentos acoplados

3.6. VALIDAÇÃO DO AUTOMATISMO

Após a elaboração de todo o projeto foi necessária a validação dos resultados de medição obtidos com este novo processo. Nesta validação, foi analisada os parâmetros característicos deste novo processo, em particular a variação de d_1 , d_2 , K e K' , em ensaios, também eles, com características diferentes (tipo de hidrómetro e tipo de leitura), tendo como principal objetivo analisar o desempenho do novo processo.

3.6.1. Determinação da Variação do Valor de d_1 .

A determinação da variação máxima do valor de d_1 (distância, medida na imagem, da divisão de escala) foi efetuada através da medição em triplicado pelo software *NI Vision Builder AI* da imagem real do traço da escala. Este ensaio foi realizado com o densímetro padrão DN61 para os pontos $1,650 \text{ g/cm}^3$ e $1,622 \text{ g/cm}^3$, respeitantes a um traço da escala principal e a secundária, respetivamente. Como medida de dispersão dos valores de d_1 foi considerado o desvio-padrão.

3.6.2. Ensaios de Validação da Leitura do Menisco por Cima e Verificação da Validade do Sistema de Alinhamento Automático

Os ensaios de validação da leitura do menisco por cima foram realizados através da comparação dos resultados obtidos na calibração de dois densímetros padrão (DN61 e DN62), cada um em três pontos distintos da escala, efetuados por um operador qualificado apenas com o auxílio de uma lupa e os resultados obtidos pelo PTB.

Os resultados das calibrações foram analisados de acordo com o Erro normalizado (E_n) (Equação 3.10) sendo considerados satisfatórios para valores de erro normalizado iguais ou inferiores a 1 (ISO/IEC 17043:2010). As imagens dos alinhamentos foram captadas com a *Smart Camera* (NI 1722) através do *software NI Vision Builder AI*.

3.6.3. Ensaios de Validação da Leitura do Menisco por Cima

Neste ensaio pretendeu-se validar o alinhamento de hidrómetros que devido à sua tipologia, i.e. aplicação em líquidos opacos, o alinhamento é efetuado acima do menisco. Deste modo, procedeu-se à calibração do areómetro padrão AR01, comparando os resultados obtidos para 3 pontos da escala segundo os pressupostos de alinhamento do LPL/IPQ e de acordo com o resultado obtido pelo PTB. Em ambos os casos o alinhamento do menisco foi realizado com o auxílio da câmara e *software* de visualização, do servomotor e ainda de uma lâmpada de *LED's* posicionada abaixo da câmara. Nestes ensaios a câmara foi colocada perpendicularmente à superfície do líquido ($\theta = 0^\circ$) com auxílio do seu suporte. No *NI Vision Builder AI* foi considerado um tempo de exposição de 370 frames/s e um ganho de 450.

3.6.4. Ensaios de Validação do Ângulo de Inclinação da Câmara

Nestes ensaios pretendeu-se verificar a influência do ângulo de posicionamento da câmara (Θ) relativamente à superfície do líquido de referência. Deste modo, o densímetro padrão DN02 foi calibrado de acordo com os pressupostos do alinhamento do menisco do LPL/IPQ e do PTB para a câmara numa posição perpendicular à superfície do menisco ($\Theta=0^\circ$), correspondendo a uma posição mais elevada do suporte da câmara, e para um ângulo de 10° . As imagens do

alinhamento foram capturadas pelo NI Vision Builder AI para um tempo de exposição de ~890 frames/s e para um ganho de 511. Nestes ensaios foram ainda testadas dois tipo de iluminação: por cima (com lâmpada fluorescente) e por baixo (com LEDs).

4. RESULTADOS

4.1. INTRODUÇÃO

Este capítulo visa apresentar os resultados obtidos ao longo do presente trabalho. Começará por ser demonstrada a validação da folha de cálculo utilizada no laboratório, e em seguida serão apresentados valores determinados através do atual método de calibração, assim como após a sua automatização. No final será exibida a parte da programação desenvolvida.

4.2. VALIDAÇÃO DA FOLHA DE CÁLCULO

Referido no tópico 3.3, a validação da folha de cálculo teve como base a determinação manual do valor real de massa volúmica, através da introdução dos parâmetros experimentais (Tabela 3.3). Estes resultados serão então comparados com os obtidos através da folha de cálculo (Tabela 4.1).

Tabela 4.1 – Comparação dos resultados obtidos manualmente e pela folha de cálculo para a determinação de indicação do hidrómetro.

Parâmetro	Resultados obtidos manualmente	Resultados obtidos na folha de cálculo	Erro
$\rho_{a2} (g/cm^3)$	0,0011805	0,0011805	0,0000000
$\rho_{a3} (g/cm^3)$	0,0011803	0,0011810	0,0000007
$\rho_L(T_3)(g/cm^3)$	0,7165546	0,7165550	0,0000004
$m_a(g)$	46,564128	46,564128	0,0000000
$m_L(g)$	7,2807257	7,2807257	0,0000000
φ	0,0018464	0,0018464	0,0000000
$\rho_x(g/cm^3)$	0,84937	0,84930	0,0000007

Através da análise dos resultados na Tabela 4.1 verificou-se que os valores calculados através da folha de cálculo estão concordantes com os calculados manualmente, validando deste modo o algoritmo de cálculo da folha de cálculo.

4.3. VALIDAÇÃO DA MEDIÇÃO MANUAL DA DIVISÃO DE ESCALA

Os resultados da comparação da medição da distância entre divisões de escala pelo paquímetro e pelo interferómetro (Tabela 4.2) demonstram resultados satisfatórios da medição com o paquímetro apenas para distâncias entre divisões de escala na ordem dos 5 mm. Estes resultados demonstram ainda que para distâncias entre divisões de escala inferiores a 5 mm deverá ser considerada uma componente extra de incerteza de $0,20/\sqrt{3}$ de modo a contabilizar o desvio máximo dos valores obtidos pelo interferómetro.

Na Tabela 4.2 são apresentados os resultados da comparação da medição da distância entre divisões de escala pelo paquímetro e pelo interferómetro.

Tabela 4.2 – Resultados da comparação da medição da distância entre divisões de escala pelo paquímetro e pelo interferómetro.

Hidrómetro	Paquímetro		Interferómetro		En	Dif. V _{paq.} – V _{inte} (mm)
	V _{paq.} (mm)	U (k = 2,00) (mm)	V _{inte.} (mm)	U (k = 2,00) (mm)		
DN35	1,29	0,02	1,35	0,01	2,8	-0,06
DN12	1,47	0,02	1,33	0,01	6,1	0,14
AL11	1,55	0,02	1,72	0,01	7,7	-0,17
DN63	1,71	0,02	1,82	0,01	4,8	-0,11
AR04	5,03	0,02	5,03	0,01	0,2	0,00

4.4. SISTEMA DE ALINHAMENTO AUTOMÁTICO

De forma a projetar a implementação do novo sistema de alinhamento automático no processo de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ, começou por definir-se qual o procedimento a realizar de forma a atingir o objetivo pretendido.

Introduzido o hidrómetro dentro do líquido de referência, é necessário saber de antemão o posicionamento do menisco atual e qual o ponto de escala que se pretende alinhar. Obtidos estes parâmetros, o processo começa com a captura e aquisição de imagem (tópico 3.5.1) com o auxílio da *SmartCamera*, e, após adquiridas as distâncias d_1 e d_2 , passa-se então à comparação de K e K' . Estas grandezas, no caso de serem iguais, dão-nos a informação de que o alinhamento se encontra concluído, podendo então passar-se a próxima fase: executar a pesagem de modo a obter M_L .

Este valor é introduzido diretamente no *LabVIEW*, através da interligação entre este *software* e a balança analítica. Com a introdução dos valores referentes às condições ambientais (temperatura, pressão e humidade relativa) e das características do hidrómetro (diâmetro da haste e tensão superficial) também no *LabVIEW*, é, então, determinado o valor de ρ_x , com base na Equação 2.13 (Figura 4.1) (Lee *et al.*, 2004).

Por outro lado, se os valores forem diferentes, é enviada uma informação ao servomotor de modo a que este, ao fazer variar a altura da superfície livre do líquido de referência, através do movimento ascendente ou descendente de um cilindro de vidro, altere o valor de d_2 (d_1 é um valor fixo e equivalente a y_1), conseguindo assim com que o valor de K se vá aproximando do valor de K' , até serem iguais. É, então, adquirida nova imagem e realizada nova avaliação (Figura 4.1) (Lee *et al.*, 2004).

Na Figura 4.1 é apresentado um esquema do processo do alinhamento automático.

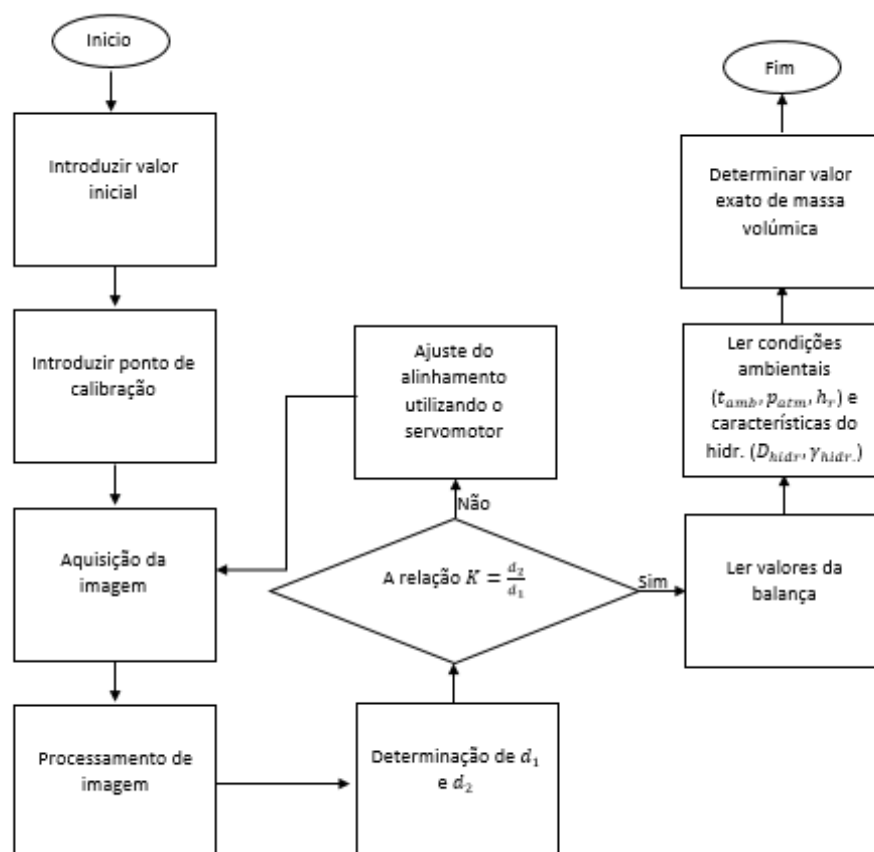


Figura 4.1 - Esquema do processo do alinhamento automático. Adaptado de (Lee *et al.*, 2004)

4.4.1. Condições de Funcionamento do Motor

Como referido anteriormente, o servomotor tem como função controlar o nível da superfície livre do líquido de referência, fazendo imergir ou ascender um cilindro de vidro dentro do próprio líquido. Desta forma, é necessário verificar as condições a que o motor vai estar sujeito. Podemos admitir que a carga máxima a que o cabe que o une o servomotor ao cilindro vai estar sujeito será no caso de ascensão (Figura 4.2).

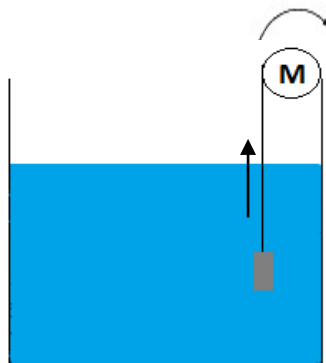


Figura 4.2 - Caso de carga máxima aplicada ao servomotor marca, modelo do LPL/IPQ

Para este caso existirão três forças envolvidas (Figura 4.3): a força de impulsão (F_{Imp}) do líquido no cilindro, a tração do cabo (T_c) e o peso do próprio cilindro (P_c).



Figura 4.3 - Diagrama de forças atuantes no cilindro no caso de carga máxima aplicada ao servomotor

Para este caso a condição de equilíbrio será (Equação 4.1):

$$T_c = P_c - F_{Imp}$$

Equação 4.1

Em que,

$$P_c = m_c \cdot g$$

Equação 4.2

$$F_{Imp} = \rho_L \cdot V_c \cdot g$$

Equação 4.3

Para este caso o volume imerso (V_c) será o volume total do cilindro, visto que este se encontra completamente inserido no líquido. Deste modo, foram determinadas as suas dimensões com o auxílio de um paquímetro (Tabela 3.1) (Figura 4.4).

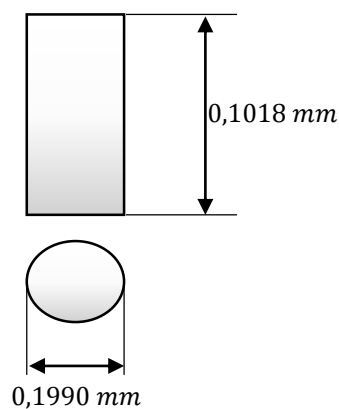


Figura 4.4 - Dimensões do cilindro de vidro usado como *sinker* no sistema de calibração de hidrómetros do LPL/IPQ

Estamos, agora, em condições de determinar T_c , que será a força que o servomotor terá de suportar. De referenciar que $m_c = 0,070115 \text{ kg}$. Admitindo $g \approx 9,81 \text{ m/s}^2$ e $\rho_L = 0,71782$ (Anexo II) , mas em kg/m^3 temos:

$$T_c = P_c - F_{imp} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow T_c = m_c \cdot g - \rho_L \cdot V_c \cdot g \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow T_c = 0,070115 \times 9,800667 - 717,82 \times \frac{0,01990^2 \cdot \pi}{4} \times 0,10180 \times 9,800667 \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow T_c = 0,464867 \text{ N}$$

T_c é, então, a força suportada pelo cabo que o une o cilindro ao servo. É possível agora determinar o momento de rotação transmitido (M_T) (Equação 4.4).

$$M_T = T_c \cdot r_{acessório}$$

Equação 4.4

Onde,

$r_{acessório}$ - Raio do acessório que vai ligar o cabo ao veio do motor (m);

Sabendo que $D_{acessório} = 0,001920 \text{ m}$ vem,

$$M_T = T_c \cdot r_{acessório} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow M_T = 0,464867 \cdot \frac{0,001920}{2} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow M_T = 4,46272 \times 10^{-4} \text{ N.m}$$

Este valor é bastante inferior binário máximo do motor, $M_T = 0,95 \text{ N.m}$ (Mitsubishi Electric, 2014)

Referente á velocidade de rotação foi admitido que a ótima seria a menor possível, visto que o objetivo é que o líquido sofra as menores perturbações possíveis, para não provocar destabilizações no sistema. Deste modo, com M_T e velocidade de rotação pequenos, não vamos ter problemas quanto a potência necessária.

4.4.2. Desenvolvimento da Parte Lógica

Com base no processo de alinhamento automático (Figura 4.1) foi desenvolvido um algoritmo, de modo a conceber a parte lógica do sistema, expresso na Figura 4.5.

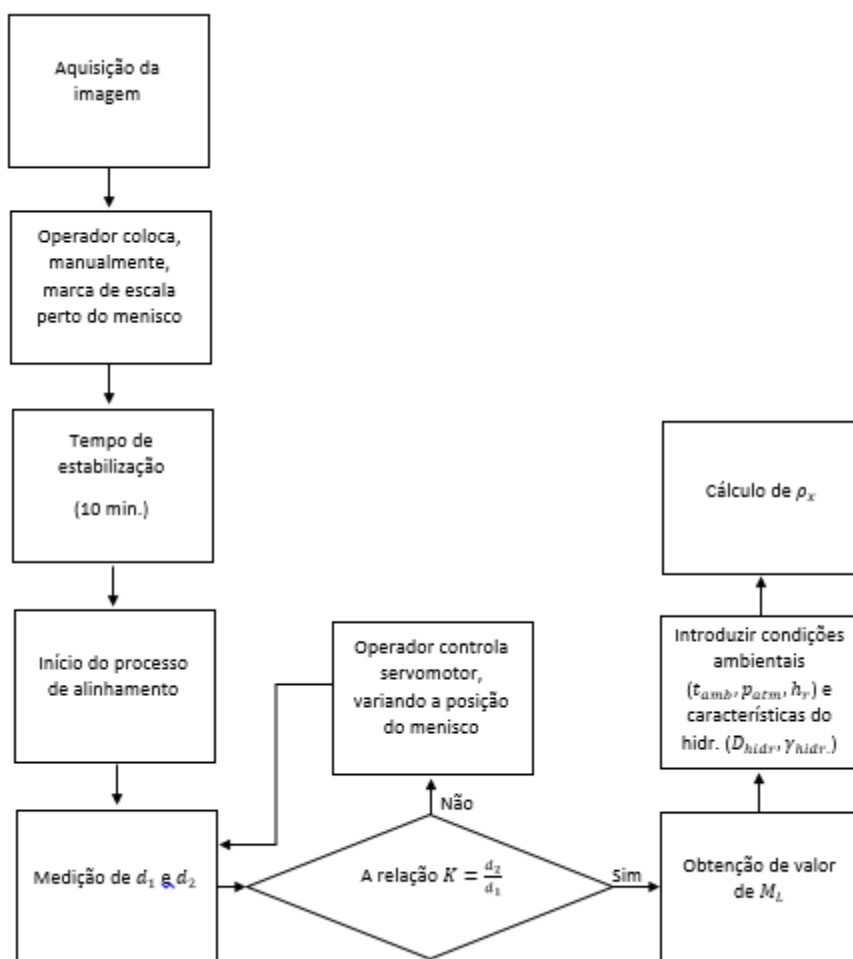


Figura 4.5 - Algoritmo da parte de programação desenvolvida

4.4.2.1. Aquisição e Processamento de Imagem

Embora a aquisição e processamento de imagem fosse para ser desenvolvida em *LabVIEW*, de modo a economizar algum tempo no processo, tomou-se a decisão de fazer todo o processamento de imagem no *software* de aquisição *NI VisionBuilder AI 2013 SP1*, de forma a obter d_1 e d_2 .

O programa desenvolvido neste *software* tinha, como principais objetivos, o de adquirir imagem da zona que contivesse as três marcações de escala relevantes para o problema, fornecer ao operador a possibilidade de selecionar um ROI nessa mesma imagem e a de determinar as distâncias (medida em pixéis) d_1 e d_2 .

Na Figura 4.5 é apresentado o programa desenvolvido para aquisição e processamento de imagem.

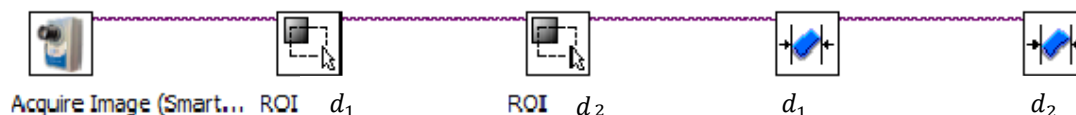


Figura 4.6 - Programa de aquisição e processamento de imagem

Numa primeira fase, o operador terá de se certificar que a imagem inclui as todas as informações relevantes para a obtenção do problema, o que demonstra ser uma tarefa bastante simples face a ampla aquisição.

Na Figura 4.7 é apresentado um exemplo de como é realizada a aquisição de imagem pelo *software NI Vision Builder AI*.

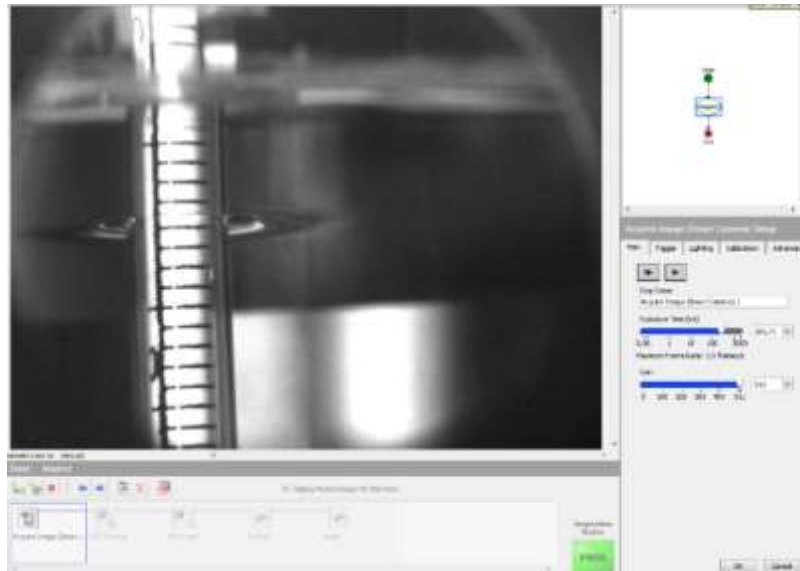
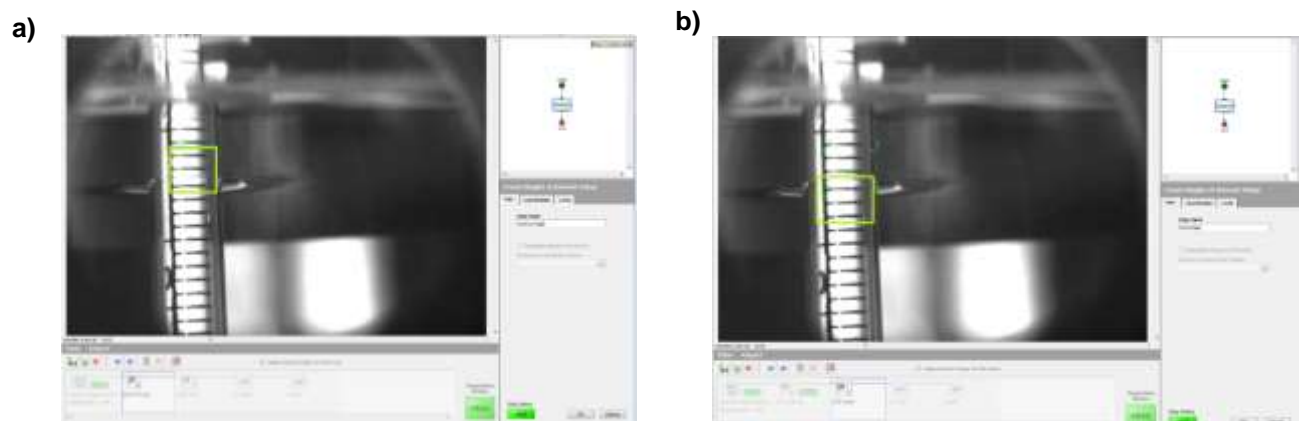


Figura 4.7 - Aquisição de imagem pelo *software NI Vision Builder AI*

Seguidamente, o operador terá de seleccionar duas ROI, sendo que a primeira deverá conter as marcas L e A' (Figura 4.8 A) e a segunda as marcas de escala L e A (Figura 4.8 B).

A seleção de ROI para os dois casos mencionados é ilustrada na Figura 4.8.



a) ROI contendo L e A' ;

b) ROI contendo L e A ;

Figura 4.8 - Determinação de ROI através do *software NI Vision Builder AI*

A última fase passa por fazer o reconhecimento de linhas, ou seja, das marcações de escala referentes ao problema e determinar as distâncias d_1 e d_2 .

Determinação de d_1 e d_2 pelo software NI Vision Builder AI é apresentada na Figura 4.9.

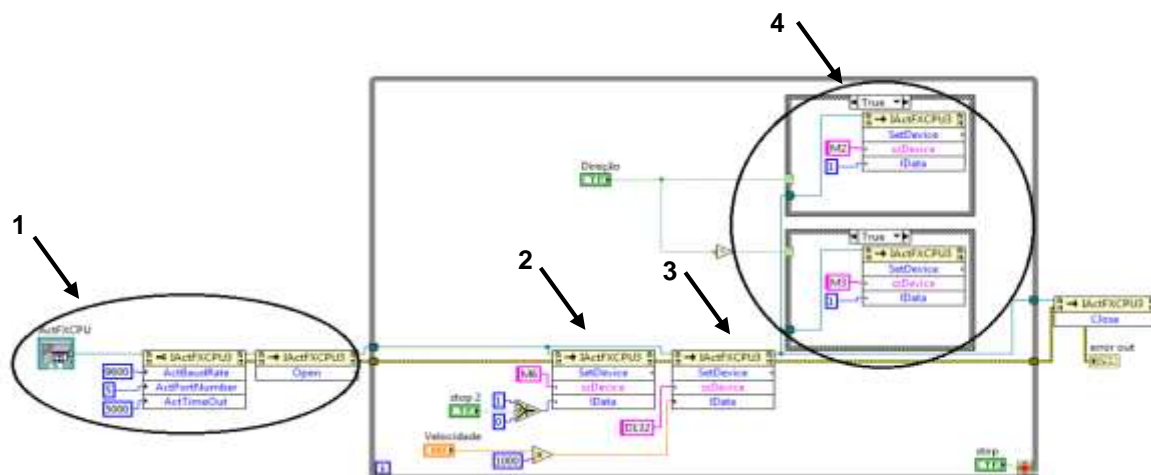


Figura 4.9 - Determinação de d_1 e d_2 pelo software NI Vision Builder AI

4.4.2.2. Controlo do Servomotor

Como referido anteriormente, a principal funcionalidade do servomotor será o controlo de um cilindro de vidro, fazendo, deste modo, variar a superfície livre do líquido de referência. Foi, então, necessário o desenvolvimento de um VI em *LabVIEW* que controla-se a sua velocidade e sentido de rotação, permitindo assim ao operador a decisão de subir ou descer o cilindro de vidro, conforme o valor de d_2 , sem destabilizar o sistema.

O VI elaborado para controlar o servomotor encontra-se expresso na Figura 4.10.



- 1- Comunicação entre LabVIEW e motor;
- 2- Ligar/ Desligar;
- 3- Controlo de velocidade;
- 4- Controlo do sentido de rotação;

Figura 4.10 - VI de controlo do servomotor.

Foram, então, instaladas as *drives* do servomotor para que o programa fizesse o reconhecimento do aparelho (1 da figura 4.6). Após feita a intercomunicação, passou-se então a fase de decidir quando o motor está ligado ou desligado. Adicionou-se um botão que comanda a *string* M6. Esta *string* é enviada para o motor, reconhecendo-a como uma ordem para parar ou iniciar.

Podemos visualizar a parte do VI que controlo o ligar e desligar do servomotor na Figura 4.11

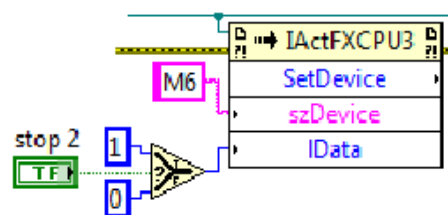


Figura 4.11 - Ligar/desligar motor

O mesmo foi feito para controlar a velocidade, apenas com a alteração de que em vez de ser um botão que toma o valor de 1 ou 0 a acionar o comando, neste caso, o D132, foi adicionado um controlador de velocidade, permitindo ao operador indicar qual a velocidade de rotação.

O controlo da velocidade de rotação do motor foi possível face ao desenvolvimento da parte de programação lógica apresentada na Figura 4.12.

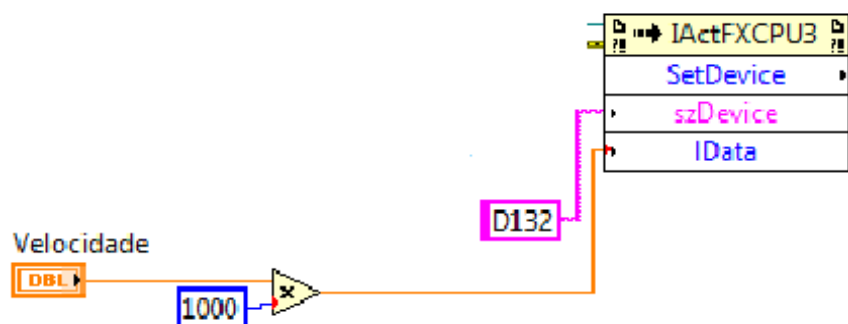
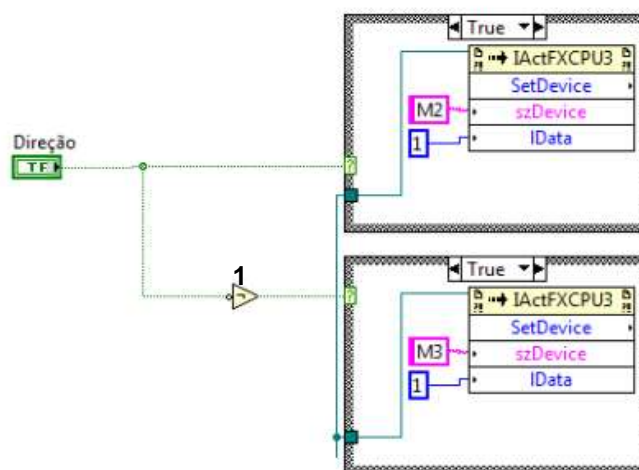


Figura 4.12 - Velocidade de rotação do servomotor

Para o controlo do sentido de rotação, as *strings* enviadas para o motor são a M2 e M3. Neste caso foram utilizados dois *cases structures*, estruturas capazes de executar uma função ou outra, no caso da informação recebida ser verdadeira ou falsa. Assim, caso a informação proveniente do botão seja verdadeira a *string* acionada será M2, pois M3 receberá o sinal de falso por causa do inversor de informação (1 da Figura 4.13). Este VI não pode ser apenas constituído por um *case structure* pois, caso a informação seja falsa, a ordem recebida será para parar de rodar nesse sentido.

Na Figura 4.13 apresenta-se a parte do VI executado para controlo do sentido de rotação do motor.



1- Inversor de informação.

Figura 4.13 - Sentido de rotação.

4.4.2.3. Programa Principal Desenvolvido em LabVIEW

Após o desenvolvimento da parte de aquisição e processamento de imagem e do controlo do servomotor, passou-se a conceção do VI principal, onde iria ser feito o alinhamento iria ser realizado. O programa foi executado com a atenuante de que as distâncias d_1 e d_2 teriam de ser inseridas pelo operador, depois de visualizadas no *VisionBuilder* (4.3.2.1) e, após obtido o valor do seu quociente (K), era realizada a comparação com K' . A informação proveniente do confronto destes dois valores segue, então, para uma *case structure*, onde é analisada se a informação é verdadeira ou falsa. No caso de verdadeira, uma luz verde é acesa e o programa pede que sejam inseridos os valores de condições ambientais e características do hidrómetro, devolvendo-nos o valor real de massa volúmica (Figura 4.14). Se, em contrapartida, essa informação for falsa, nada é executado, tendo o operador que acertar o alinhamento através do controlo do motor, determinando novos d_1 e d_2 (Figura 4.15).

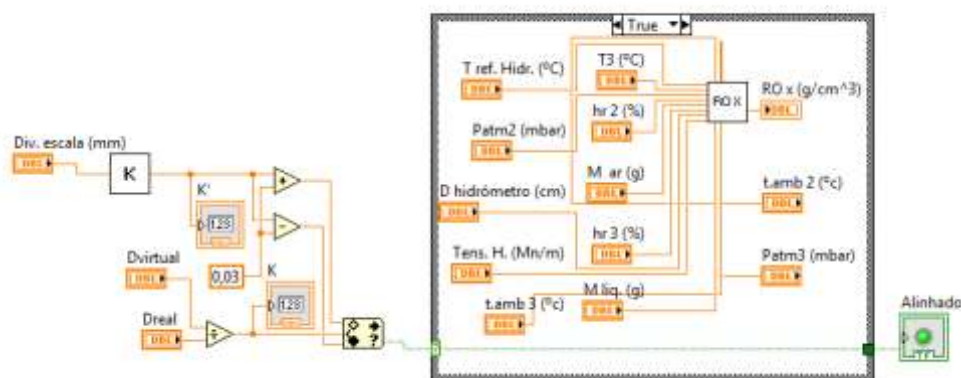


Figura 4.14 – Comparação de K e K' e execução do VI quando os valores forem iguais.

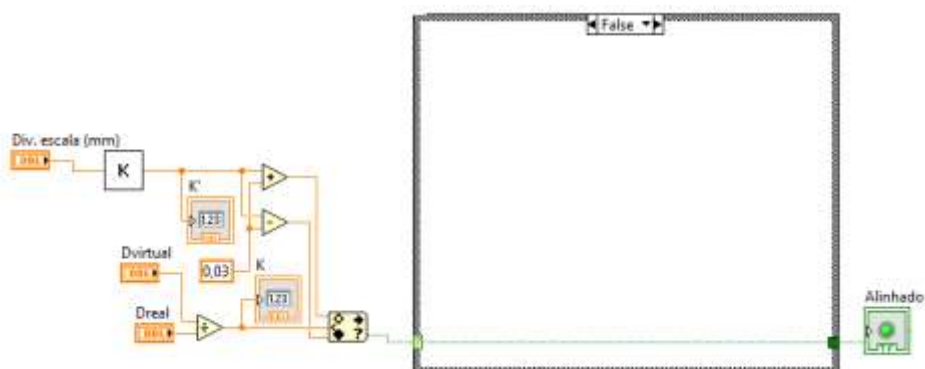


Figura 4.15 – Comparação de K e K' e execução do VI quando os valores forem diferentes.

Para a determinação de ρ_x e K' foram desenvolvidos dois sub-VI'S baseados nos Equações 2.13 e 2.17, respetivamente (Figura 4.16 e 4.17).

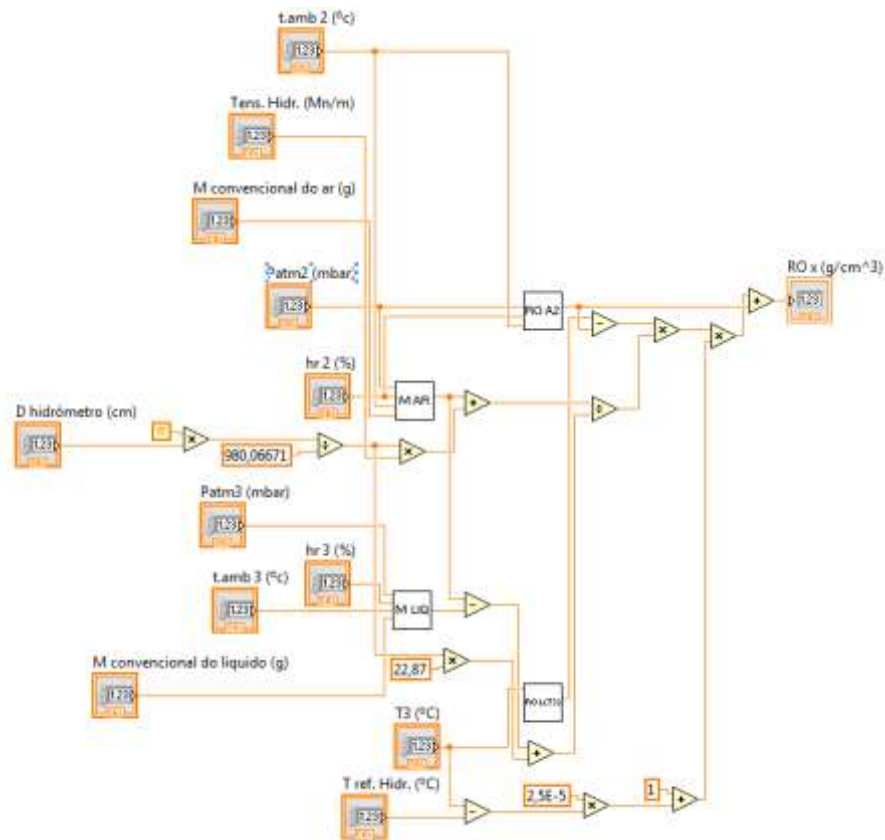


Figura 4.16 – Sub- VI para determinação de ρ_x

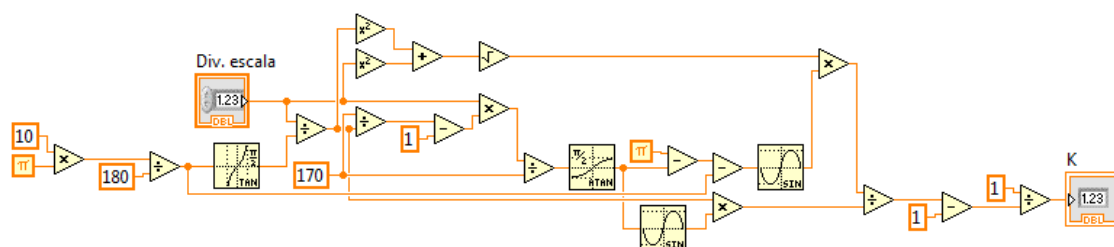


Figura 4.17 - Sub- VI para determinação de K'

Dado que era necessário haver um tempo de estabilização de aproximadamente 10 minutos entre cada pesagem, o programa contém também um relógio para a realização da contagem. Este relógio foi gerado com base na contagem do número de iterações que são realizadas num ciclo. Cada iteração demora cerca de 5 milissegundos a ser executada, ao que se deu um tempo de espera entre iterações de 995 milissegundos, o que perfaz 1 segundo. Assim, quando são atingidas as 600 iterações (10 minutos), é acesa uma luz verde e o contador para, dando a informação ao operador de que a pesagem pode ser feita (Figura 4.18).

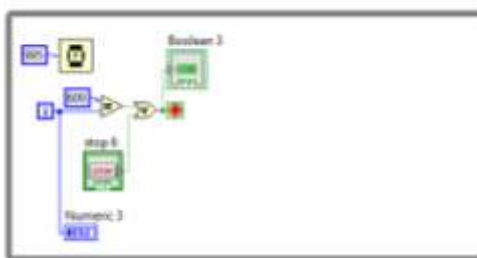


Figura 4.18 - VI para contagem de tempo entre pesagens

Deste modo, controlando a velocidade de rotação do motor, e referindo parâmetros como as condições ambientais e as características do hidrómetro, assim como os valores referentes às pesagens efetuadas tanto no ar como no líquido é possível a realização do alinhamento através do programa desenvolvido em *LabVIEW* (Figura 4.19).

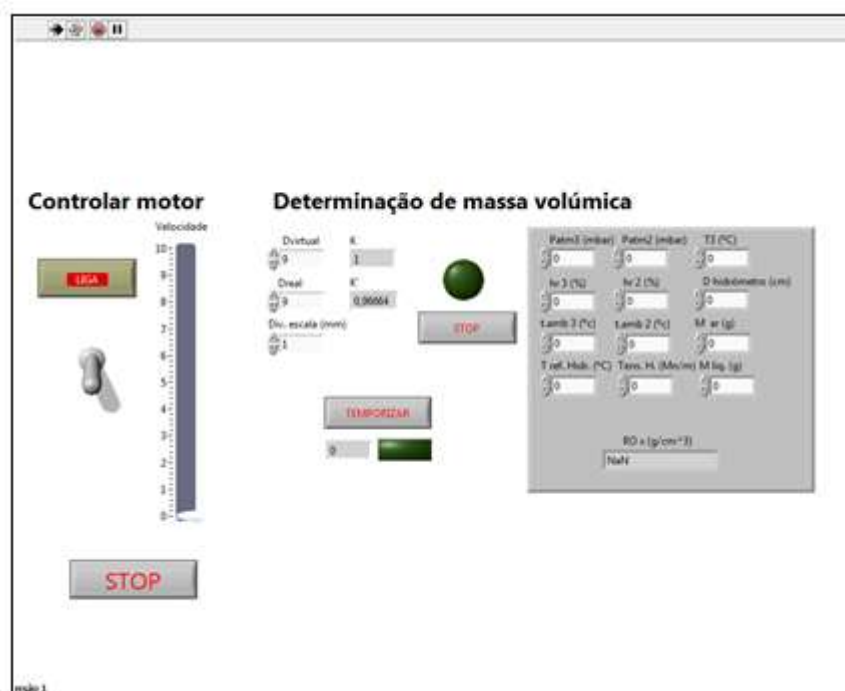


Figura 4.19 - Painel frontal do programa de alinhamento automático

4.5. VALIDAÇÃO DO AUTOMATISMO

A validação do automatismo foi realizada através da análise de parâmetros característicos do novo sistema de alinhamento (d_1 , d_2 , K e K'), de modo a avaliar se se verificava, realmente, uma diminuição de potenciais fontes de variabilidade, como a incerteza associada ao operador. Utilizou-se para isso, um conjunto de ferramentas de análise, desde a avaliação do erro relativo, erro normalizado e comparação de incertezas relativas associadas a esses mesmos parâmetros.

4.5.1. Determinação da variação do valor de d_1

Para determinar a variação que d_1 apresentava foram realizados ensaios utilizando os densímetros DN62, em que foi escolhido um ponto da escala principal, e o DN61, em que o ponto pertencia a escala secundária.

Na Tabela 4.2 apresentam-se os resultados dos ensaios de determinação da variação máxima de d_1 realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.

Tabela 4.2 - Resultados dos ensaios de determinação da variação máxima de d_1 realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.

Leitura ao nível do menisco			
Ponto da escala (kg/m ³)	Alinhamento	d_2 (pixéis)	d_1 (pixéis)
Densímetro DN62			
1,65 - Escala principal	PTB / câmara	108,20	174,91
	PTB / câmara	110,90	174,61
	PTB / câmara	112,58	174,66
Densímetro DN61			Desvio-padrão
1,622 - Escala secundária	PTB / câmara	54,54	40,17
	PTB / câmara	57,84	39,49
	PTB / câmara	56,84	39,49
Desvio-padrão			0,321

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 4.2 verificou-se um desvio-padrão máximo para d_1 de 0,321 obtido para o ponto 1,622 g/cm³ respeitante a um traço da escala secundária.

4.5.2. Ensaios de verificação da validade da aplicação do sistema automático de alinhamento do menisco

De acordo com o anteriormente descrito no ponto 2.7.3 considera-se que o alinhamento do ponto da escala a calibrar e o líquido de referência é alcançado quando o valor de K e K' se igualam, i.e. $K'/K = 1$. Deste modo, foram ensaiados os densímetros padrão DN61 e DN62 de modo a averiguar a validade deste pressuposto.

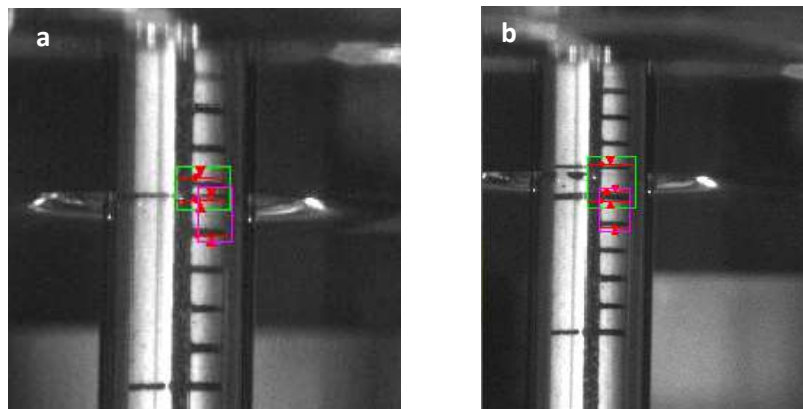
Na Tabela 4.3 apresentam-se resultados dos ensaios de verificação da validade da aplicação do sistema automático de alinhamento do menisco realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.

Tabela 4.3 - Resultados dos ensaios de verificação da validade da aplicação do sistema automático de alinhamento do menisco realizados com os densímetros padrão DN62 e DN61.

Leitura ao nível do menisco										Resultados da Calibração
Ponto da escala (kg/m ³)	Alinhamento	d_2 (pixeis)	d_1 (pixeis)	K	$U_r(K)$	K'	$U_r(K')$	K'/K	$U(K'/K)$	E_n
Densímetro DN62										
1,800	IPQ / lupa	10,94	17,74	0,62	0,32	0,963	0,014	1,56	0,03	1,73
	PTB / câmara	25,88	24,35	1,06	0,32	0,963	0,014	0,91	0,05	0,06
1,750	IPQ / lupa	23,14	24,85	0,93	0,32	0,963	0,014	1,03	0,04	1,06
	PTB / câmara	26,89	24,76	1,09	0,32	0,963	0,014	0,89	0,05	0,06
1,720	IPQ / lupa	24,97	25,46	0,98	0,32	0,963	0,014	0,98	0,04	1,13
	PTB / câmara	24,73	25,13	0,98	0,32	0,963	0,014	0,98	0,04	0,02
Densímetro DN61										
1,700	IPQ / lupa	34,93	48,68	0,72	0,32	0,942	0,014	1,31	0,32	1,09
	PTB / câmara	70,79	51,03	1,39	0,32	0,942	0,014	0,68	0,32	0,10
1,650	IPQ / lupa	91,79	174,96	0,52	0,32	0,704	0,014	1,34	0,32	1,16
	PTB / câmara	112,58	174,66	0,64	0,32	0,704	0,014	1,09	0,32	0,04
1,622	IPQ / lupa	26,82	39,47	0,68	0,32	0,942	0,014	1,39	0,32	1,00
	PTB / câmara	56,84	39,49	1,44	0,32	0,942	0,014	0,65	0,32	0,04

Pelos resultados obtidos na Tabela 4.3 verificou-se que não existe uma relação direta entre o alinhamento correto (conseguido para resultados satisfatórios da calibração, i.e. $E_n \leq 1$) e a proximidade do quociente K'/K da unidade. Podemos constatar, também, que o alinhamento de acordo com a igualdade de K 's é realizado mais acima do que o alinhamento efetuado a olho nu pelo operador (Figuras 4.20-4.24). De referenciar que, nessas mesmas figuras, o retângulo verde representa o comprimento da imagem virtual e o retângulo a rosa o comprimento da imagem real.

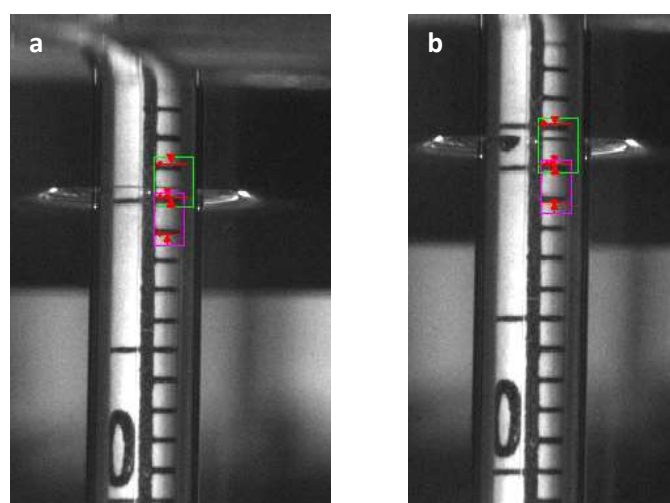
Encontra-se ilustrado na Figura 4.20 o alinhamento da escala no ponto 1,800 g/cm^3 do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.



- a) Alinhamento efetuado a olho nu pelo operador;
- b) Alinhamento segundo valor de referência do PTB.

Figura 4.20 - Alinhamento da escala no ponto 1,800 g/cm^3 do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.

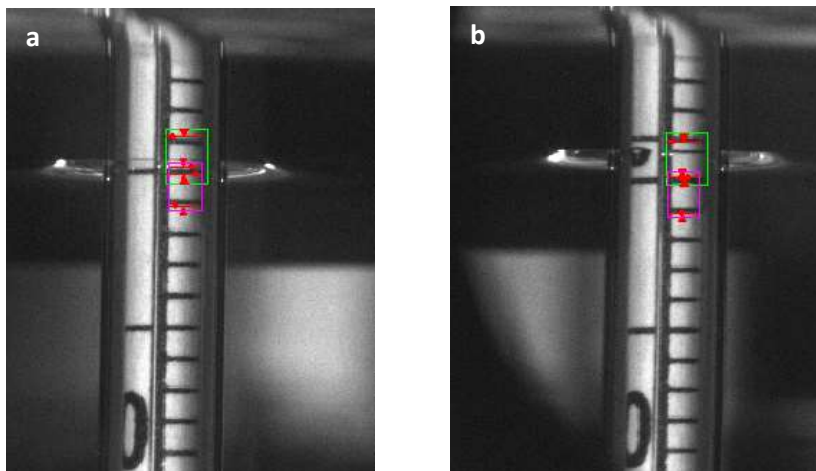
Na figura 4.21 apresenta-se uma ilustração alinhamento da escala no ponto 1,752 g/cm^3 do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.



- a) Alinhamento efetuado a olho nu pelo operador;
- b) Alinhamento segundo valor de referência do PTB.

Figura 4.21 - Alinhamento da escala no ponto 1,752 g/cm^3 do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.

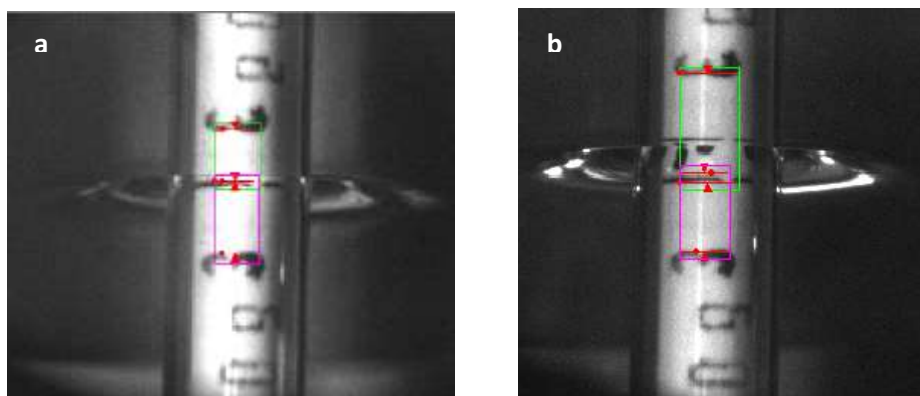
Na Figura 4.22 é ilustrado o alinhamento da escala no ponto $1,720 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.



- a) Alinhamento efetuado a olho nu pelo operador;
- b) Alinhamento segundo valor de referência do PTB.

Figura 4.22 - Alinhamento da escala no ponto $1,720 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN62 com a superfície do líquido de referência.

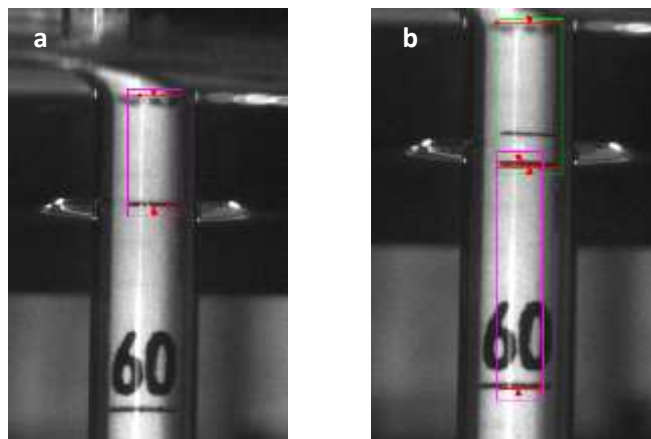
Na Figura 4.23 é apresentado o alinhamento da escala no ponto $1,700 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência.



- a) Alinhamento efetuado a olho nu pelo operador;
- b) Alinhamento segundo valor de referência do PTB.

Figura 4.23 - Alinhamento da escala no ponto $1,700 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência.

Na Figura 4.23 é apresentado o alinhamento da escala no ponto $1,650 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência.



- a) Alinhamento efetuado a olho nu pelo operador;
- b) Alinhamento segundo valor de referência do PTB.

Figura 4.24 - Imagens do alinhamento da escala no ponto $1,650 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN61 com a superfície do líquido de referência.

4.5.3. Ensaios de Validação da Leitura do Menisco por Cima

Os resultados da validação da leitura do menisco por cima do menisco foram determinados através da calibração de um areómetro padrão (AR01) previamente calibrado no PTB. O alinhamento foi primeiramente realizado de acordo com os pressupostos do LPL/IPQ, já com o auxílio da câmara e do *software* de aquisição de imagem (*NI Vision Builder AI*). A câmara foi colocada perpendicularmente à superfície do líquido de referência.

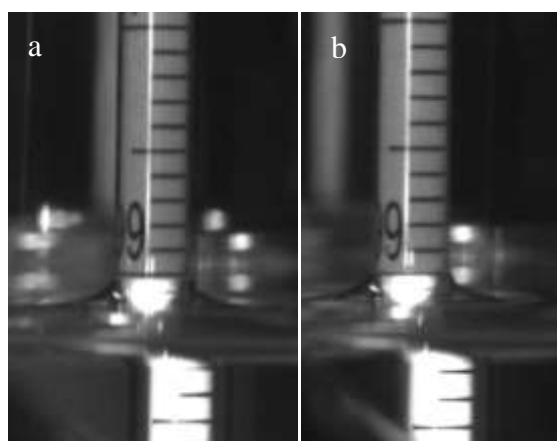
Na Tabela 4.4 são apresentados os resultados da calibração do Areómetro AR01, com leitura acima do menisco, efetuada pelo LPL/IPQ e pelo PTB.

Tabela 4.4 - Resultados da calibração do Areómetro AR01, com leitura acima do menisco, efetuada pelo LPL/IPQ e pelo PTB e análise do erro normalizado.

Resultados da Calibração						
Areómetro AR01		LPL/IPQ		PTB		E_n
		Erro de indicação (kg/m^3)	$U(k = 2,00)$ (kg/m^3)	Erro de indicação (kg/m^3)	$U(k = 2,00)$ (kg/m^3)	
Ponto da escala (kg/m^3)	Alinhamento					
999,0	LPL	0,29	0,12	0,33	0,04	0,32
	PTB	0,34	0,12	0,33	0,04	0,08
993,0	LPL	0,38	0,12	0,38	0,04	0,00
	PTB	-	-	-	-	-
987,0	LPL	0,38	0,12	0,42	0,04	0,32
	PTB	0,42	0,12	0,42	0,04	0,00

O erro de indicação e a incerteza de calibração obtidos foram então comparados com os valores de erro de indicação e de incerteza de calibração obtidos pelo PTB, através da análise do erro normalizado (E_n) (Tabela 4.4), verificando-se um desempenho satisfatório para os 3 pontos da escala calibrados. Verificou-se ainda que o alinhamento por cima efetuado segundo os pressupostos do LPL/IPQ é efetuado ligeiramente a baixo do considerado pelo PTB (Figuras 4.20 e 4.21), apesar da diferença obtida entre os erros de indicação estar contemplada na incerteza de calibração do PTB (0,04 kg/m³) (Tabela 4.4).

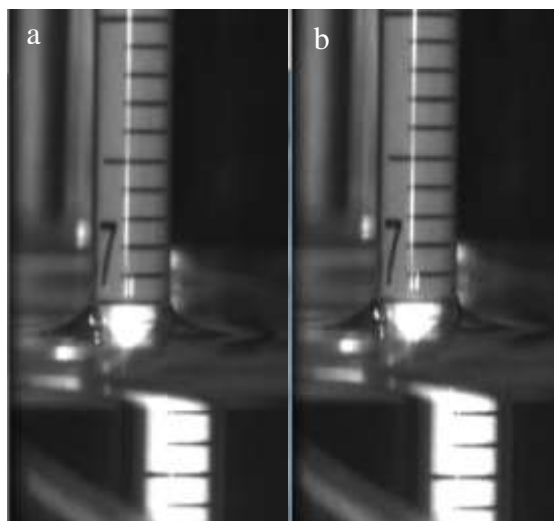
Na Figura 4.25 ilustra-se alinhamento da escala por cima do menisco no ponto 999,0 kg/m³ do Areómetro AR01.



- a) Alinhamento de acordo com o considerado pelo IPQ;
- b) Alinhamento de acordo com os valores de referência do PTB.

Figura 4.25 - Alinhamento da escala por cima do menisco no ponto 999,0 kg/m³ do Areómetro AR01.

O alinhamento da escala por cima do menisco no ponto $999,0 \text{ kg/m}^3$ do Areómetro AR01 é apresentado na Figura 4.26.



- a) Alinhamento de acordo com o considerado pelo IPQ;
- b) Alinhamento de acordo com os valores de referência do PTB.

Figura 4.26 - Alinhamento da escala por cima do menisco no ponto $987,0 \text{ kg/m}^3$ do Areómetro AR01.

4.5.4. Ensaios de Validação do Ângulo de Inclinação da Câmara

De modificar a verificar a influência que o ângulo de inclinação da câmara tinha foram realizados alguns ensaios utilizando o densímetro DN02 em três pontos diferentes da escala.

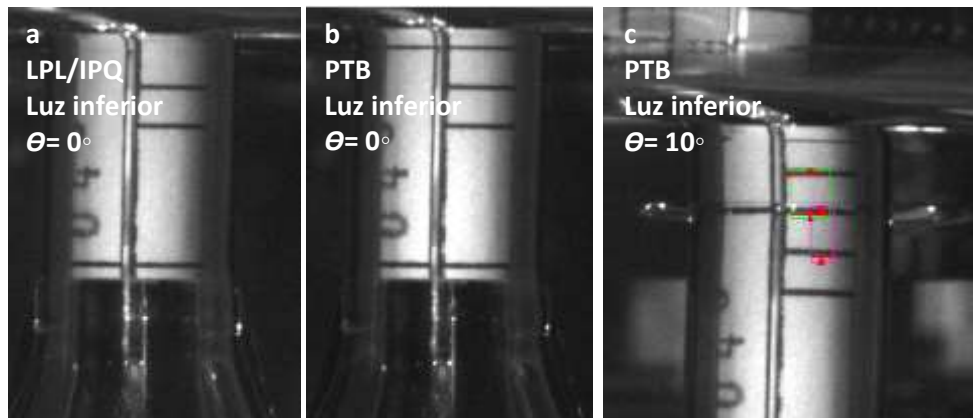
Na tabela 4.5 são apresentados os resultados dos ensaios de validação do ângulo de inclinação da câmara por calibração do Densímetro DN02.

Tabela 4.5 - Resultados dos ensaios de validação do ângulo de inclinação da câmara por calibração do Densímetro DN02.

Densímetro DN02								Resultados da Calibração				E_n
Leitura ao nível menisco								LPL/IPQ		PTB		
								Erro de indicação U ($k=2,00$)		Erro de indicação U ($k=2,00$)		
Ponto da escala (kg/m³)	Características do Alinhamento*	Tipo de iluminação	d_2 (pixies)	d_1 (pixieis)	K	K'	K'/K	(g/cm³)	(g/cm³)	(g/cm³)	(g/cm³)	
0,700	0° / LPL	Luz inferior (LEDs)	-	-	-	-	-	-0,0007	0,0006	-0,0005	0,0004	0,28
	0° / PTB		-	-	-	-	-	-0,0005	0,0006	-0,0005	0,0004	0,00
	10° / PTB		28,55	31,8	0,90	0,94	1,04	-0,0005	0,0006	-0,0005	0,0004	0,00
0,650	0° / LPL	Luz superior (Fluorescente)	-	-	-	-	-	-0,0009	0,0006	-0,0008	0,0004	0,14
	0° / PTB		-	-	-	-	-	-0,0008	0,0006	-0,0008	0,0004	0,00
	10° / PTB		32,02	31,76	1,01	0,94	0,93	-0,0008	0,0006	-0,0008	0,0004	0,00
0,610	0° / LPL	Luz inferior (LEDs)	-	-	-	-	-	-0,0015	0,0006	-0,0013	0,0004	0,28
	0° / PTB		-	-	-	-	-	-0,0013	0,0006	-0,0013	0,0004	0,00
	10° / PTB		39,71	36,71	1,08	0,94	0,87	-0,0013	0,0006	-0,0013	0,0004	0,00

Através dos resultados obtidos (Tabela 4.5) verificou-se um desempenho satisfatório do LPL/IPQ relativamente à referência PTB para o alinhamento do menisco ao nível com a câmara numa posição perpendicular à superfície do líquido de referência. Através das Figuras 4.22-4.24 é possível verificar que o alinhamento efetuado pelo LPL/IPQ difere no efetuado pelo PTB pela sobreposição completa do traço da escala do menisco pela superfície de referência, apesar de produzirem resultados de calibração compatíveis dentro da incerteza. Foram ainda testados dois tipos de iluminação: por cima da câmara e por baixo da câmara. Verificou-se que o uso da iluminação superior leva a perda de contraste das imagens captadas (Figura 4.28), contudo não apresentada diferença significativa dos resultados obtidos. Para além do inconveniente da perda de contraste das imagens captadas pela câmara acresce o aquecimento da zona de pesagem por irradiação de energia térmica por parte da lâmpada fluorescente. De referenciar que nas figuras 4.27-4.29 o retângulo verde representa o comprimento da imagem virtual e o retângulo a rosa o comprimento da imagem real.

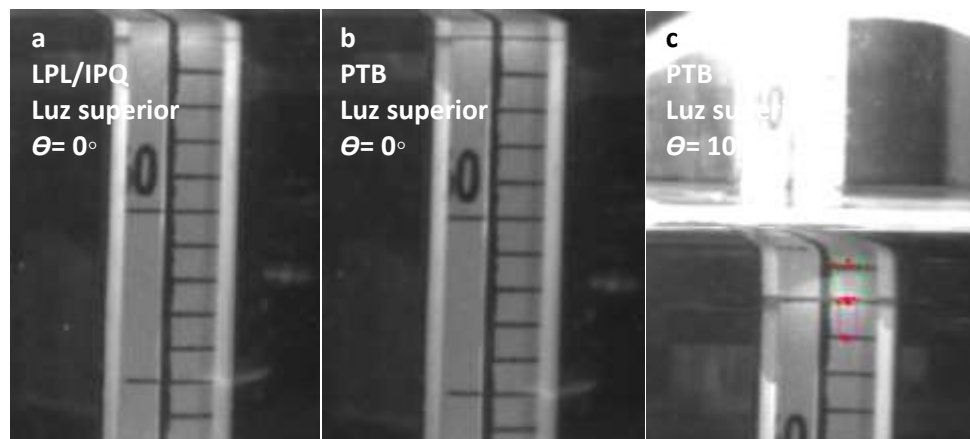
Na Figura 4.27 apresenta-se o alinhamento da escala no ponto $0,700 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação inferior.



- a) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do LPL/IPQ;
- b) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do PTB;
- c) Alinhamento com a câmara a 10° de acordo com os pressupostos do PTB.

Figura 4.27 - Alinhamento da escala no ponto $0,700 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação inferior.

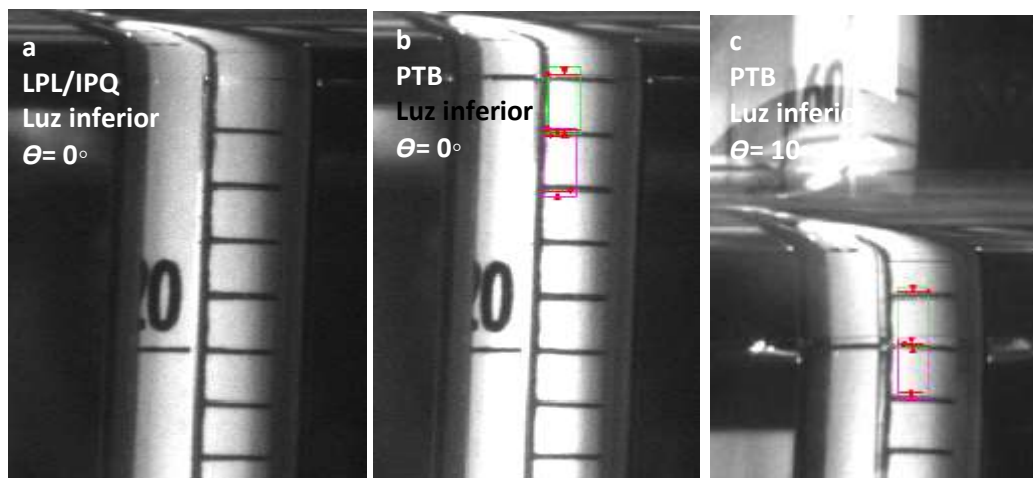
O alinhamento da escala no ponto $0,650 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior pode ser visualizado na Figura 4.28.



- a) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do LPL/IPQ;
- b) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do PTB;
- c) Alinhamento com a câmara a 10° de acordo com os pressupostos do PTB.

Figura 4.28 - Alinhamento da escala no ponto $0,650 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior.

O alinhamento da escala no ponto $0,610 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior é apresentado na Figura 4.29.



- a) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do LPL/IPQ;
- b) Alinhamento com a câmara a 0° de acordo com os pressupostos do PTB;
- c) Alinhamento com a câmara a 10° de acordo com os pressupostos do PTB.

Figura 4.29 - Alinhamento da escala no ponto $0,610 \text{ g/cm}^3$ do densímetro DN02 com a superfície do líquido de referência com iluminação superior.

5. CONCLUSÕES

5.1. DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Através dos ensaios realizados verificou-se uma variação de d_1 de 0,321 ao contrário do que se expectável, uma vez que este valor corresponde a uma distância de uma imagem real correspondente à divisão de escala do densímetro. Foi ainda possível concluir que a variação de d_1 para escalas secundárias é superior à obtida na escala principal.

A implementação do sistema de visualização constituído pela *Smart Camera* (NI 1722) e pelo *software NI Vision Builder AI* permitirá o alinhamento do menisco de acordo com os valores de referência do PTB feito até à data. Este mesmo alinhamento não foi conseguido com a utilização apenas de um sistema de ampliação (lupa).

Os ensaios realizados com o areómetro padrão AR01 permitiram validar os pressupostos utilizados para o alinhamento do menisco por cima utilizados pelo IPQ. Foi ainda possível concluir que a introdução do sistema de alinhamento automático permitiu validar o procedimento em utilização no LPL-IPQ. Deste modo, o alinhamento do menisco do líquido de referência e do traço da escala a calibrar deverá ser considerado na sobreposição de ambos, que pode ser facilmente visualizada com a reflexão da luz na parte inferior da haste.

Nos ensaios de validação do ângulo de inclinação da câmara foi possível concluir que os resultados obtidos na calibração com a câmara com $\theta = 0^\circ$ e $\theta = 10^\circ$ são comparáveis dentro das incertezas obtidas e produzem resultados satisfatórios relativamente aos obtidos pelo PTB. Deste modo, e uma vez que no alinhamento efetuado com a câmara a com $\theta = 0^\circ$ não são necessários cuidados acrescidos com o ângulo de inclinação da câmara e não sendo necessário recorrer ao cálculo do K e K' , conclui-se que será vantajosa a calibração com a câmara numa posição perpendicular à superfície do líquido de referência. Contudo é importante notar que o alinhamento só deverá ser considerado concluído quando o traço da escala a alinhar surgir por completo abaixo do líquido, tal como é demonstrado nas imagens obtidas para os resultados do PTB (Figuras 4.27-4.29 b-c). Conclui-se ainda que deverá ser utilizada a iluminação de LED colocada abaixo da câmara devido ao ganho de contraste e pelo fato de ser uma luz fria.

Na Tabela 5.1 é apresentado um resumo dos resultados obtidos na calibração dos quatro hidrómetros padrão com o sistema de visualização do alinhamento do menisco constituído pela *Smart Camera* (NI 1722) e pelo *software NI Vision Builder AI* e com o servomotor *Mitsubishi AC servo motor (Melservo HC-MFS 13)*.

Tabela 5.1 - Resultados da calibração dos hidrómetros padrão (AR01, DN02, DN61 e DN62) com o sistema de visualização do alinhamento do menisco.

Ponto da escala (g/cm³)	Resultados da Calibração				E_n	Δ Erro IPQ / PTB (g/cm³)
	LPL/IPQ		PTB			
	Erro de indicação (g/cm³)	U ($k=2,00$) (g/cm³)	Erro de indicação (g/cm³)	U ($k=2,00$) (g/cm³)		
Areómetro AR01 - Leitura acima do menisco						
0,999	0,00034	0,00012	0,00033	0,00004	0,08	0,00001
0,993	0,00038	0,00012	0,00038	0,00004	0,00	0,00000
0,987	0,00042	0,00012	0,00042	0,00004	0,00	0,00000
Densímetro DN02 - Leitura ao nível menisco						
0,700	-0,0005	0,0006	-0,0005	0,0004	0,00	0,00000
0,650	-0,0008	0,0006	-0,0008	0,0004	0,00	0,00000
0,610	-0,0013	0,0006	-0,0013	0,0004	0,00	0,00000
Densímetro DN62 - Leitura ao nível menisco						
1,800	0,0026	0,0005	0,00263	0,00020	0,06	-0,00003
1,750	0,0019	0,0005	0,00187	0,00020	0,06	0,00003
1,720	0,0013	0,0005	0,00131	0,00020	0,02	-0,00001
Densímetro DN61 - Leitura ao nível menisco						
1,700	0,0019	0,0007	0,0020	0,0004	0,10	-0,00008
1,650	0,0007	0,0007	0,0007	0,0004	0,04	-0,00003
1,622	0,0000	0,0007	0,0000	0,0004	0,04	-0,00003

De acordo com o disposto na Tabela 5.1, verificou-se que a diferença entre os erros de indicação (IPQ e PTB) está contido na incerteza de calibração do PTB, incerteza esta que é sempre inferior á do IPQ em 1,5 vezes.

Para o alinhamento do menisco por cima conseguiram-se resultados satisfatórios para um valor de incerteza 3 vezes inferior á que era praticada pelo IPQ. No que respeita à calibração ao nível do menisco a incerteza de calibração foi reduzida em média para metade do seu valor inicial.

Conclui-se assim que o objetivo principal foi alcançado com a redução das incertezas associadas ao método de Cuckow, nomeadamente à componente associada ao alinhamento do menisco.

5.2. SUGESTÕES DE MELHORAMENTOS FUTUROS

Ao longo da elaboração do projeto foram encontrados alguns detalhes que deverão ser tomados em consideração para melhoramentos futuros. Assim, para que o alinhamento em questão seja completamente automatizado, o programa deverá ser capaz de adquirir imagem diretamente no *LabVIEW*, possibilitando assim que o servomotor atue sem a necessidade de um operador, apenas a partir da informação que é retirada da leitura das distâncias d_1 e d_2 . A aquisição dos valores das condições ambientais era uma tarefa fundamental, dado que apenas era necessário fazer a interligação entre o termo-higrómetro barómetro existente no laboratório com o computador.

Um outro estudo a ser desenvolvido seria o de calibração da imagem obtida pela *SmartCamera* com a imagem real, para, deste modo, ser feita a conversão de pixéis para milímetros, possibilitando assim uma melhor leitura e análise dos resultados obtidos.

5.3. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A metrologia desempenha um papel fundamental na organização e funcionamento de qualquer setor industrial. Com a preocupação e cuidados cada vez maiores nos processos de fabrico e manutenção, é importante de serem previamente determinados os erros evitando assim a rejeição tardia de serviços e produtos acabados.

A realização de um estágio curricular no Laboratório de Propriedades dos Líquidos do Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade permitiu um maior aprofundamento dos conceitos teóricos relacionados com a metrologia, assim como o desenvolvimento do trabalho prático no âmbito das medições da massa volúmica.

O presente trabalho procurou responder de forma adequada aos objetivos definidos inicialmente, contribuindo assim para o aperfeiçoamento das metodologias de calibração em uso no IPQ.

A programação executada em linguagem de programação gráfica (*LabVIEW*), de modo a constituir o programa de controlo do servomotor com a finalidade de subir e descer o cilindro de vidro revelou-se eficiente, na medida em que não apresentou qualquer tipo de falha na sua utilização, assim como programa principal, onde era avaliada o alinhamento e determinado o valor de massa volúmica.

O *software VisionBuilder AI* demonstrou ser indicado para o projeto em questão, sendo bastante simples e de fácil interação, foi bastante eficiente na aquisição e processamento de imagem e conseguindo bons resultados de medição de distâncias.

Com a implementação de um automatismo que realiza o alinhamento automático entre o menisco do líquido de referência e o ponto de escala a calibrar do hidrómetro, o objetivo principal do trabalho foi alcançado. Este automatismo permitiu uma redução, na ordem de duas a quatro vezes, da incerteza final do método de calibração de hidrómetros.

Os objetivos paralelos ao trabalho inicial foram, também, cumpridos com sucesso, sendo validado o algoritmo da folha de cálculo para calibração de hidrómetros em utilização, assim como, a determinação de novos parâmetros a ter em conta na divisão manual da divisão de escala.

De referenciar que o projeto de automatismo desenvolvido se encontra implementado e em utilização no laboratório.

BIBLIOGRAFIA

Bentancor, L. (2013) *Hidrometria*. Facultad de Agronomia- Universidad de la Republica.

BIPM (2006) *Bureau International des Poids et Mesures*. Retirado de www.bipm.org/en/si/si_brochure.

Chambel, S. (2000) Norma ISO 9001:2000 - Implementação do Sistema de Gestão da Qualidade. *Ideias Ambientais*. 2000.

Cuckow, F. W. (1949) A new method of high accuracy for the calibration of reference standard hydrometers. *J. Soc. Chem. Ind.*, pp. 68: 44-49.

Decreto-lei nº 56/91. 1991. Diário da República, 1ª Série-B- nº236, 1991.

Decreto-lei nº140/2004 de 8 de Junho de 2004. Diário da República, 1ª Série-A - nº134, 8 de Junho de 2004.

Eren, H. (1999) Density Measurement. *The Measurement, Instrumentation and Sensors Handbook*, cap. 21.

Eurachem/CITAC (2012) *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. S. L. Ellison e A Williams. 3rd Edition.

Furtado, A (2011) Densidade ou Massa Volúmica: Eis a Questão! - Definições e Métodos de Medição. *In Encontro Metrologia Educação e Ensino*. Instituto Português da Qualidade.

Furtado, A., Moura, S. & Spohr, I. (2014) Procedimento Técnico 12110003513-07 - Calibração de Hidrómetros, Instituto Português da Qualidade.

Furtado A., Moura S. & Spohr I. (2014b) Procedimento Técnico 2111507503-03 Manuseamento DMA 5000. Laboratório nacional de Metrologia. Instituto Português da Qualidade.

Gupta, S. V. (2002) *Practical Density of Measurement and Hydrometry*. IOP Publishing Ltd.

Howarth, P. & Redgrave, F. (2008) "Metrology – in short", iMERA project, 3rd edition.

IPAC OGC002 (2011) "Guia para a Acreditação de Laboratórios Químicos- OGC002". Instituto Português de Acreditação.

IPQ (2006) Relatório Anual de Atividades. Consultado em www.ipq.pt/pt/site/pages/pesquisa.aspx?sp-q=relat%C3%B3rio+de+atividades&poset=0&pgsz=10

IPQ (2009) Relatório Anual de Atividades. Consultado em www.ipq.pt/pt/site/pages/pesquisa.aspx?sp-q=relat%C3%B3rio+de+atividades&poset=0&pgsz=10

IPQ (2014). www.ipq.pt, consultado em (18/04/2014)

ISO 80000-4:2006(E). Quantities and units- Part 4: Mechanics.

ISO/IEC 17025:2005. Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração.

ISO/IEC 17043: 2010. Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.

Jacinto, S. (2012) Validação do Sistema Absoluto para a Determinação da Massa Volúmica de Líquidos. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. IPQ/ FCT-UNL.

JCGM:200 (2012) 1a edição luso-brasileira, autorizada pelo BIPM, da 3a edição internacional do VIM – International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms

Lee, Y. J., Chang, K. H., Chon, J. C. & Oh, C. Y. (2004) Automatic alignment method for calibration of hydrometers. *Metrologia*, 41: s100-104.

Lorefice, S. & Malengo, A. (2006) Calibration of Hydrometers. Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica. *Measurement Science and Technology*. pp. 2560-2566.

Metas e Metrólogos Associados (2010) Métodos de Calibración de Densímetros de Inmersión (Hidrómetros). Boletim LGM-10-03.

Mitsubishi Electric (2014) *MELSERVO Servo Motor- Instruction Manual*. Consultado em (23/08/2014).

Metler Toledo (2014) www.br.mt.com/br/pt/home/supportive_content/product_information_faq/Comparision_measur_ring_methods_for_DERE.html#question_1, consultado em (21/06/2014)

NI (2013) LabVIEW- Getting Started with LabVIEW.

NI (2014) www.ni.com/getting-started/labview-basics/environment, consultado em (05/08/2014)

Nunes, D. (2013) Automação do Controlo de Passagem de Luz num Eixo Fotométrico. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. IPQ/ FCT-UNL.

OMRON. (2003) Curso Básico: Autómatos Programáveis. Manual de apoio. Versão 1.1.

Palma, L. B. (2012) Automação Industrial- Sistemas Automáticos. Documento de apoio a (Automação) 3ºano de Engenharia Mecânica da FCT-UNL.

Peña, Luis M., Pedraza, J. C., Becerra, L. O. & Galván, A. (2007) A new image processing system of hydrometer calibration developed at CENAM. Proceedings do IMEKO 20TH TC3, 3rd TC16 and 1st TC22 International Conference *Cultivating metrological knowledge*, Merida, Mexico.

Pereira, R. S., Neto, A. S. & Tucci, C. E. M. (2003) Principios da Hidrometria. Texto de apoio da disciplina de Hidrologia I. Programa de Pós-Graduação em Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental. Instituto de Pesquisas Hidráulicas. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Sousa, C. (2008) SPQ- Sistema Português da Qualidade. Cadernos Técnicos. CATIM.

Spieweck, F. & Bettin, H. (1992) Review: solid and liquid densitydetermination. *Technisches Messen*, 59: 285–292.

Tanaka, M., Girard. G., Davis R., Peuto A. & Bignell N. (2001) Recommended table for density of water between 0°C and 40°C based on recente experimental reports. *Metrologia*. 38: pp. 301-309.

Univerzita Komenského v Bratislave (2006) "DENSITY DETERMINATION BY PYCNOMETER". Retirado de https://www.fpharm.uniba.sk/fileadmin/user_upload/english/Fyzika/Density_determination_by_pycnometer.pdf

ANEXOS

Anexo I – Determinação dos coeficientes de sensibilidade

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \text{leitura}} = 1 \quad \text{Equação A1.1}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta M_L} = \frac{(\rho_L(T_0) - \rho_{a2}) \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \times \left(1 - \frac{\rho_{a3}}{\rho_s}\right) \times (m_a + \varphi \cdot \gamma_x)}{(m_a - m_l + \varphi \cdot \gamma_l)^2} \quad \text{Equação A1.2}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta M_a} = \frac{(\rho_L(T) - \rho_{a2}) \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ dens})] \times \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right) \times [(m_a - m_l + \varphi \cdot \gamma_l) - M_a \left(1 - \frac{\rho_{a2}}{\rho_s}\right)]}{(m_a - m_l + \varphi \cdot \gamma_l)^2} \quad \text{Equação A1.3}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta T_3} = \frac{m_a + \varphi \gamma_x}{m_a - m_l + \varphi \gamma_L} \times [\alpha_L \cdot \beta(T_3 - T_{ref\ hidr}) + \beta(\rho_L(T_0) - \alpha_L(T_0 - T_3) - \rho_{a2})] \quad \text{Equação A1.4}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \rho_a} = \frac{(m_a - \varphi \gamma_x)(m_a + m_l - \varphi \gamma_L) - (\rho_L(T) - \rho_a) \left[\frac{M_a}{\rho_s} (m_a - m_l + \varphi \gamma_L) - \left(\frac{M_a}{\rho_s} - \frac{M_l}{\rho_s} \right) (m_a + \varphi \gamma_x) \right]}{(m_a - m_l + \varphi \gamma_L)^2} \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] + 1 \quad \text{Equação A1.5}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \beta} = (\rho_L(T_0) - \rho_{a2}) \times \frac{m_a + \varphi \gamma_x}{m_a - m_l + \varphi \gamma_L} \times (T_3 - T_{ref\ hidr}) \quad \text{Equação A1.6}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \gamma_x} = (\rho_L(T_0) - \rho_{a2}) \times \frac{\varphi}{m_a - m_l + \varphi \gamma_L} \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \quad \text{Equação A1.7}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \rho_s} = (\rho_L(T) - \rho_{a2}) \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \times \frac{M_a \cdot \frac{\rho_{a2}}{\rho_s^2} (m_a - m_l + \varphi \gamma_x) - (m_a + \varphi \gamma_L) (M_a \cdot \frac{\rho_{a2}}{\rho_s^2} + M_L \cdot \frac{\rho_{a3}}{\rho_s^2})}{[m_a - m_l + \varphi \gamma_L]^2} \quad \text{Equação A1.8}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta D} = \frac{(\rho_L(T) - \rho_{a2}) \cdot [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \cdot \frac{\pi}{g} [\gamma_x(m_a - m_l) - m_a \gamma_l]}{\left[\frac{\pi}{g} \gamma_l D + (m_a - m_l) \right]^2} \quad \text{Equação A1.9}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta g} = (\rho_L(T) - \rho_{a2}) \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \times \gamma_x(m_a - m_l + \varphi \cdot \gamma_l) \times \pi D \times \frac{m_a(\gamma_l - \gamma_x) + \gamma_x m_l}{(g(m_a - m_l) + \pi D \gamma_l)^2} \quad \text{Equação A1.10}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \gamma_L} = -(\rho_L(T) - \rho_{a2}) \times \varphi \times \frac{m_a + \varphi \gamma_x}{(m_a - m_l + \varphi \gamma_L)^2} \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hidr})] \quad \text{Equação A1.11}$$

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \alpha_L} = (20 - T_3) \times \frac{m_a + \varphi \gamma_x}{m_a - m_l + \varphi \gamma_L} \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hydr})]$$

Equação A1.12

$$\frac{\delta \rho_x}{\delta \rho_L(T_0)} = \frac{m_a + \varphi \gamma_x}{m_a - m_l + \varphi \gamma_L} \times [1 + \beta(T_3 - T_{ref\ hydr})]$$

Equação A1.13

Anexo II – Folha de cálculo da calibração de hidrómetros

FOLHA DE CÁLCULO DA CALIBRAÇÃO DE HIDRÓMETROS - Página 1 de 1

v1.46, 2014-05-12
FC_Densímetros

PET Nº _____
Data de calibração _____
Operador _____

Cliente _____
Endereço _____

Laboratório **4211**

LM, LPL	N.º Série Tot.	Comb. Total	Caract. Metroológicas LM a calibrar	Tipo	Densímetros
Paquímetro	H200	0,001 (cm)	Marca	A. Precisão	Resolução
Balança	H103	0,0003 (g)	Modelo	66H-62	Int. de Ind
Termómetro Lq	H106a	0,030 (°C)	Identificação	* Cadastro: LQ	Unidades
Termómetro Ar	H204	0,013 (°C)	Série		
Barómetro	H108	0,07 (mbar)	Valor		
Higrómetro	H122	0,03	t ref. hidrómetro (°C)	15,56	
Constantes	Valor	a	Diâmetro haste (cm)	0,576	0,576 t média imersão
p pesos (g/cm³)	8	0,4	Nº divisões (cm)	0,115	0,00021739
Gravidade (cm/s²)	980,06673	0,00001	Peso IM ar & D.P. (g)	46,571	0,00E+00
Líquido Ref	Valor	a	Valor Classe L _{IM}	L	0,05
λ liq t 20°C (m/s)	22,87	0,05	Cond. Amb. - Pesagem no ar	Valor	Valor Comp
ρ liq t 20°C (g/cm³)	0,717 821	0,000015	t ar (°C)	21,94	21,94
α liq 17-23 °C (g/cm³/°C)	0,000777	0,000015	p ar (mbar)	1005,64	1005,64
			hr ar (%)	59,5	59,5
t ref. calibração (°C)	20				
α vidro (K⁻¹)	0,000 025	0,000 002			

ISO 645-1:1981(E)

ENSAIOS

ATENÇÃO CMC [750 a 1000] kg/m³ - U ± 0,1 kg/m³ ou 0,0001 g/cm³

Resultados	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
Indicação LM (g/cm³)	0,85	0,875	0,9			
Indicação (g/cm³)	0,85	0,875	0,9			
V.V Final (g/cm³)	0,8493	0,8746	0,8995			
U Inc. Expand. (g/cm³)	0,0003	0,0003	0,0003			
Erro LM (g/cm³)	0,0007	0,0004	0,0005	#VALOR!	#VALOR!	#VALOR!
EMA ISO 645	#N/D	#N/D	#N/D	#N/D	#N/D	#N/D
k (95%)	2	2	2	#N/D	#N/D	#N/D

Resultados das Medições

	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
Peso IM liq (g)	7,2818	8,4186	9,4776			
d.p. Peso IM liq (g)	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00			
Peso IM liq Corr (g)	7,28160	8,41860	9,47760	0,00000	0,00000	0,00000
t pes. liq (°C)	21,83	21,83	21,83			
p pes. liq (mbar)	1005,67	1005,67	1005,64			
hr pes. liq (%)	58,7	59,0	59,3			
t ar. liq (°C)	22,02	22,01	21,98			
t pes. liq Corr (°C)	21,83	21,83	21,83	0,	0,	0,
p pes. liq Corr (mbar)	1005,67	1005,67	1005,64	0,	0,	0,
hr pes. liq Corr (%)	58,7	59,0	59,3	0,0	0,0	0,0
t pes. ar Corr (°C)	22,02	22,01	21,98	0,	0,	0,

Resultados do Método de Cuckow

	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
ρ Cuckow (g/cm³)	0,849 263	0,874 566	0,899 519	#N/D	#N/D	#N/D
U Cuckow (g/cm³)	0,000 260	0,000 261	0,000 262	#N/D	#N/D	#N/D
V Verdadeiro LM	0,849	0,875	0,900			
U Inc. Exp. LM	0,000 260	0,000 261	0,000 262			
K (g/cm³)	0,715374	0,715374	0,715374	0,732180	0,732180	0,732180
Y	1,185 357	1,220 697	1,255 570	#N/D	#N/D	#N/D
Z (K)	1,000 152	1,000 152	1,000 152	0,999 611	0,999 611	0,999 611
Lpt (mN/m)	27,5	28,8	30,0	#N/D	#N/D	#N/D
ρ liq t ensaio (g/cm³)	0,716 555	0,716 555	0,716 555	0,733 360	0,733 360	0,733 360
p ar pes. Liq (g/cm³)	0,001 181	0,001 181	0,001 181	0,000 000	0,000 000	0,000 000
ρ ar (g/cm³)	0,001 181	0,001 181	0,001 181	0,000 000	0,000 000	0,000 000

Balanco de Incertezas (g/cm³)

	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
u leitura	1,3E-04	1,3E-04	1,3E-04	1,3E-04	1,3E-04	1,3E-04
u Ma	-8,5E-07	-1,0E-06	-1,2E-06	3,8E-09	3,8E-09	3,8E-09
u ML	5,5E-06	5,8E-06	6,2E-06	#N/D	#N/D	#N/D
u t liq t Fj	6,3E-07	6,5E-07	6,7E-07	#N/D	#N/D	#N/D
u t ar	-5,2E-08	-5,2E-08	-5,2E-08	-5,2E-08	-5,2E-08	-5,2E-08
u p ar	7,0E-12	7,0E-12	7,0E-12	7,0E-12	7,0E-12	7,0E-12
u hr ar	-2,4E-07	-2,4E-07	-2,4E-07	-2,4E-07	-2,4E-07	-2,4E-07
u ρ IM	2,6E-06	2,6E-06	2,6E-06	#N/D	#N/D	#N/D
u λ IM	1,7E-06	1,7E-06	1,8E-06	1,4E-06	1,4E-06	1,4E-06
u p pesos	-2,3E-06	-2,8E-06	-3,4E-06	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00
u diam	1,5E-06	3,3E-06	5,2E-06	#N/D	#N/D	#N/D
u grav	-1,4E-10	-3,2E-10	-5,2E-10	#N/D	#N/D	#N/D
u λ liq t Ref	-2,0E-06	-2,1E-06	-2,2E-06	-1,4E-06	-1,4E-06	-1,4E-06
u α liq t Ref	-2,9E-05	-3,0E-05	-3,1E-05	#N/D	#N/D	#N/D
u ρ liq t Ref	1,8E-05	1,8E-05	1,9E-05	#N/D	#N/D	#N/D
u combinada	1,3E-04	1,3E-04	1,3E-04	#N/D	#N/D	#N/D
n.g.I. Efectivos	58	58	59	#N/D	#N/D	#N/D
u z ar	1,9E-06	2,0E-06	2,1E-06	#N/D	#N/D	#N/D

folha de cálculo para por nos anexos - 2014-09-23

Operador: _____

Anexo III – Medições realizadas com interferómetro laser para validação da medição manual da divisão de escala

Tabela A3.1 – Resultados da medição da divisão de escala do densímetro DN02 pelo interferómetro laser.

Densímetro DN02					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p (mbar)	h_r (%)	Traço de escala (mm)
1	1,9312	20,82	1006,09	67,7	0,188
2	1,9246	20,79	1006,09	67,7	0,1836
3	1,9286	20,78	1006,08	67,9	0,1814
4	1,9143	20,81	1006,05	68	0,1816
5	1,9308	20,81	1006,07	68	0,1778
μ	1,9259	20,802	1006,076	67,86	0,18248
σ	0,006994	0,016432	0,016733	0,151658	0,003727197

Tabela A3.2 - Resultados da medição da divisão de escala do densímetro DN35 pelo interferómetro laser.

Densímetro DN35					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p (mbar)	h_r (%)	Traço de escala (mm)
1	1,3513	20,81	1006,07	68	0,1792
2	1,3579	20,81	1006,05	68	0,1771
3	1,356	20,82	1006,04	68	0,1727
4	1,3533	20,79	1006,04	68	0,1678
5	1,3425	20,80	1006,04	68	0,168
μ	1,3522	20,81	1006,048	68	0,1730
σ	0,0060	0,011	0,013	0	0,00518

Tabela A3.3 - Resultados da medição da divisão de escala do alcoómetro AL11 pelo interferómetro laser.

Alcoómetro AL11					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p (mbar)	h_r (%)	Traço de escala (mm)
1	1,7344	20,84	1005,96	68	0,2217
2	1,7094	20,85	1005,98	68,1	0,2039
3	1,7231	20,83	1006,01	68,1	0,2083
4	1,7225	20,82	1005,96	68,1	0,2096
5	1,7210	20,82	1006,00	68,1	0,2099
μ	1,7221	20,83	1005,98	68,08	0,2107
σ	0,0088	0,013	0,023	0,045	0,0066

Tabela A3.4 - Resultados da medição da divisão de escala do areómetro AR04 pelo interferómetro laser.

Areómetro AR04					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p (mbar)	h_r (%)	Traço de escala (mm)
1	5,0119	20,87	1005,33	68,6	0,1838
2	5,0317	20,89	1005,3	68,6	0,1999
3	5,0241	20,9	1005,29	68,6	0,1908
4	5,0371	20,88	1005,33	68,6	0,1892
5	5,0240	20,89	1005,32	68,7	0,1806
μ	5,0258	20,886	1005,314	68,62	0,1889
σ	0,0095	0,011	0,018	0,045	0,0074

Tabela A3.5 - Resultados da medição da divisão de escala do densímetro DN63 pelo interferómetro laser.

Densímetro DN63					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p (mbar)	h_r (%)	Traço de escala (mm)
1	1,8170	20,84	1006,02	68,2	0,1538
2	1,8208	20,85	1005,99	68,2	0,1488
3	1,8228	20,85	1006,00	68,2	0,1489
4	1,8178	20,84	1005,99	68,2	0,149
5	1,8110	20,83	1006,00	68,2	0,1501
μ	1,8179	20,842	1006,00	68,2	0,1501
σ	0,0045	0,0084	0,0122	0	0,0021

Tabela A3.6 - Resultados da medição da divisão de escala do densímetro DN12 pelo interferómetro laser.

Densímetro DN12					
Nº do ensaio	d_{t1} (mm)	t (°C)	p(mbar)	h_r(%)	Traço de escala (mm)
1	1,332	20,84	1005,34	68,7	0,1378
2	1,355	20,84	1005,37	68,7	0,1493
3	1,318	20,83	1005,39	68,7	0,1212
4	1,333	20,84	1005,37	68,7	0,1234
5	1,327	20,84	1005,34	68,7	0,1365
μ	1,333	20,83	1005,40	68,7	0,1336
σ	0,013	0,0044	0,022	0	0,0115